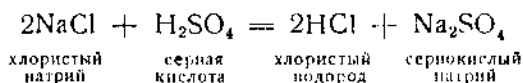


Соляная кислота хотя и вступает в реакцию со свинцом, медью и ртутью, но образующиеся хлориды (хлористые свинец, медь и ртуть) нерастворимы в воде; поэтому при действии кислоты поверхность этих металлов покрывается тонким плотным слоем соответствующего хлорида, препятствующего дальнейшему действию кислоты. На золото, серебро и платину соляная кислота вообще не действует. Но смесь 3—4 объемов концентрированных соляной и 1 объема азотной кислот (эту смесь называют царской водкой) растворяет все металлы, в том числе золото, серебро и платину, образуя соответствующие хлориды.

Получение. Хлор с водородом при обычных условиях на рассеянном свете соединяется крайне медленно, но при нагревании смеси газов или при сильном освещении (прямой солнечный свет, вспышка магния и др.) реакция идет бурно — со взрывом.

Прямое получение хлористого водорода непосредственно из газов применяют весьма редко.

Промышленный способ получения соляной кислоты заключается в действии на поваренную соль концентрированной серной кислоты.



Реакция идет при нагревании в специальных муфельных и так называемых сульфатных печах.

Получаемый в результате реакции газообразный хлористый водород охлаждают и растворяют в воде. Побочный продукт реакции Na_2SO_4 — глауберова соль — ценный технический продукт.

Сорта. Реактивная стандартная соляная кислота (ОСТ НКТП 3098/552) — бесцветная прозрачная, дымящая на воздухе жидкость уд. веса 1,18—1,19 с содержанием 35,39—37,23% хлористого водорода. Реактивная соляная кислота может содержать следующие максимальные количества допустимых примесей (в процентах) (табл. 29).

Таблица 29

Допустимые примеси	Химически чистая	Чистая для анализов	Чистая
1. Нелетучий остаток	0,001	0,002	0,004
2. Серная кислота SO_4''	0,0002	0,0005	0,002
3. Сернистая кислота SO_3''	0,0006	0,001	0,001
4. Хлор свободный	0,0002	0,0002	0,0002
5. Тяжелые металлы	0,0000	0,0005	0,0005
6. Железо Fe'''	0,00005	0,0001	0,0003
7. Мышьяк As	0,000005	0,00001	0,00002

Техническая соляная кислота по ОСТ НКТП 6731 — жидкость слабожелтого цвета; не должна содержать осадка; допускается примесь сернистого газа SO_2 не более 0,6%. Выбатывают два сорта технической соляной кислоты: сорт «А», содержащий не менее 31% хлористого водорода, и сорт «Б» — 27,5% хлористого

водорода. В технической соляной кислоте могут быть примеси: серная кислота, железо, аммоний и мышьяк.

Упаковка и маркировка. Реактивную соляную кислоту выпускают в склянках из белого стекла с хорошо притертыми стеклянными пробками, по 1, 2, 5 и 10 кг нетто. Пробки покрывают эластичной капсулой или пергаментной бумагой, поверх которой накладывают гипс или менделеевскую замазку. Каждая склянка имеет этикетку с обозначением сорта кислоты, количества, номера серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ 359.

Техническая соляная кислота отпускается потребителям в стеклянных бутылках (ОСТ 3236); бутылки помещают в ивовые плетеные корзины или деревянные обрешетки, доходящие до горла бутылки. Снизу и с боков бутылки тщательно обкладывают соломой или древесной стружкой. Предельный вес бутылки с кислотой, включая вес упаковки, не должен превышать 50 кг. Бутылки закупоривают хорошо обожженными глиняными или стеклянными пробками, полностью перекрывающими горлышко, на специальной мастике. Головка бутылки обвязывается пеньковой тканью при помощи шпагата. К горлышку бутылки подвешивается бирка с обозначением наименования завода, названия продукта, номера партии, веса брутто и нетто и ОСТ НКТП 3098/552. Мастика, применяемая для закупорки бутылей с соляной кислотой, предназначенных для нужд текстильной, кожевенной и анилинокрасочной промышленности, не должна содержать железа.

Применение соляной кислоты в полиграфии. В фотомеханике. 1) Соляная кислота входит в состав травящих растворов для цинка. 2) Применяется для осветления негативов при усилении свинцом.

В литографии и офсете. Сильно разбавленный раствор соляной кислоты и хлорной меди (0,45% кислоты уд. веса 1,19 и 0,15% хлорной меди) применяют в качестве отводки для алюминиевых печатных форм¹.

В гальванотехнике. Соляную кислоту применяют для декапирования железа и цинка и для растворения металлического хрома и хромированных поверхностей.

IV. ОРТОФОСФОРНАЯ КИСЛОТА

(фосфорная кислота)

Химическая формула ортофосфорной кислоты: H_3PO_4 ; молекулярный вес ее — 98,06.

Свойства. Химически чистая фосфорная кислота — бесцветная сиропообразная жидкость уд. веса 1,88, без запаха, с приятным кислым вкусом. Легко растворима в воде и спирте, не ядовита. Из выпаренного водного раствора при охлаждении выделяется кристаллическая кислота в виде твердых хрупких четырех- или шестисторонних столбиков, плавящихся при 41,75°. Кристаллы фосфор-

¹ Отводка — состав, восстанавливающий способность пробельных мест (после травления) воспринимать литографскую тушь, переводные краски и пр.

ной кислоты очень гигроскопичны и поэтому расплываются на воздухе.

Фосфорную кислоту получают из фосфорного ангидрида P_2O_5 , образующегося при сжигании фосфора в избытке воздуха. Фосфорный ангидрид — белое, похожее на снег вещество, энергично реагирующее с водой.

В зависимости от количества присоединенных молекул воды могут образоваться следующие разновидности фосфорных кислот:

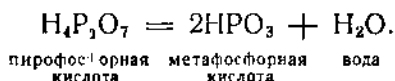
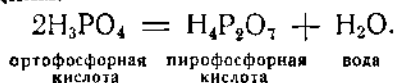
метафосфорная ($P_2O_5 + H_2O = 2HPO_3$),

пирофосфорная ($P_2O_5 + 2H_2O = H_4P_2O_7$),

ортофосфорная ($P_2O_5 + 3H_2O = 2H_3PO_4$).

Ортофосфорная кислота имеет наибольшее практическое значение; ее называют просто фосфорной кислотой.

При сильном нагревании ортофосфорная кислота теряет воду и последовательно переходит в пирофосфорную и метафосфорную кислоту по реакциям:



Фосфорная кислота трехосновна, так как содержит 3 атома водорода, способных замещаться металлами. Вследствие этого фосфорная кислота способна образовать три ряда солей, например, кислые соли NaH_2PO_4 (первичный фосфорнокислый натрий), Na_2HPO_4 (вторичный фосфорнокислый натрий) и среднюю соль Na_3PO_4 (третичный фосфорнокислый натрий).

Сорта. Химически чистую кристаллическую, или ледяную, фосфорную кислоту выпускают в продажу в виде белых прозрачных палочек. Ее упаковывают в стеклянные банки с притертыми пробками. Химически чистая фосфорная кислота в растворе бывает различной концентрации. Концентрацию фосфорной кислоты можно определить по таблицам на основании измерений удельного веса.

Техническая фосфорная кислота (по стандарту Главхимпрома 15—1713)—бесцветная или со слабозеленоватым оттенком жидкость, непрозрачная в слое 15—20 мм при рассматривании на белом фоне. Фосфорная кислота должна удовлетворять следующим техническим требованиям (табл. 30, см. стр. 132).

Упаковка и маркировка. Реактивную фосфорную кислоту выпускают в склянках с тщательно притертыми стеклянными или хорошими корковыми пробками, по 1, 2, 5 и 10 кг нетто. Пробки снаружи покрывают пергаментом и обмазывают гипсом или менделеевской замазкой. Склянки запечатывают печатью или пломбой. Каждая склянка имеет этикетку с обозначением сорта кислоты, количества, номера серии, номера анализа и знака контролера.

Техническую фосфорную кислоту «А» и «Б» упаковывают в стеклянные бутылки емкостью 25—30 л, помещаемые в плетеные корзины или деревянные обрешетки и обкладываемые снаружи со-

Показатели качества	Сорт „А“ техни- ческая	Сорт „В“ пищевая
1. Плотность при 20/4° не менее	1,530	1,476
2. Ортофосфорной кислоты (в %) не менее	70	65
3. Вязemannых частиц (в %) не более	0,75	Отсутствие
4. Сульфатов в пересчете на SO_4 (в %) не более	0,5	0,05
5. Пиро- и метафосфорных кислот в пересчете на ортокислоту не более (в %)	2	Должна выдержать испытание на метафосфорную кислоту по п. 6 раздела методов испытаний
6. Хлоридов в пересчете на Cl (в %) не более	0,05	0,05
7. Фтора	Должна	выдержать испытание по п. 8 раздела методов испытаний
8. Тяжелых металлов (кроме железа) в пересчете на Pb (в %) не более	0,03	Должна выдержать испытание по п. 9 раздела методов испытаний
9. Мышьяка в пересчете на As (в %) не более	0,01	0,0001
10. Железа в пересчете на Fe (в %) не более	0,05	0,02
11. Нитратов в пересчете на NO_3	Должна	выдержать испытание по п. 12 раздела методов испытаний
12. Веществ, восстанавливающих KMnO_4	Не нормируется	Должна выдержать испытание по п. 13 раздела методов испытаний
13. Солей щелочных или щелочно-земельных металлов в пересчете на сернокислые соли не более	1%	1%
14. Низших окислов фосфора	Не нормируется	Должна выдержать пробу по п. 15 раздела методов испытаний

ломой или древесной стружкой. Бутыли закупоривают деревянными пробками, головки обмазывают гипсом и обвязывают тканью. К горлышку каждой бутылки на шпагате привешивают бирку, на которой отмечают наименование завода, название продукта и сорт, вес брутто и нетто, номер и дату анализа и стандарт ГПХ 15/1713.

Применение фосфорной кислоты в полиграфии. В литографии и офсете. 1) Фосфорная кислота входит в состав травящих средств, применяемых для изготовления цинковых и алюминиевых форм. 2) 0,5—1%-ные растворы фосфорной кислоты применяют иногда в качестве травящего средства при обработке оригинальных литографских камней.

В фотомеханике фосфорную кислоту прибавляют иногда к альбуминовому раствору для его разжижения.

V. БОРНАЯ КИСЛОТА (ортоборная кислота)

Химическая формула борной кислоты: H_3BO_3 , молекулярный вес ее—61,84.

Свойства. Борная кислота — кристаллическое вещество, имеющее вид шестиугольных белых чешуек с перламутровым блеском. Уд. вес 1,46. Чешуйки жирные на-ощупь.

Борная кислота растворима в воде, спирте и глицерине. Вместе с водяными парами несколько летуча. Растворимость в воде характеризуется следующими цифрами.

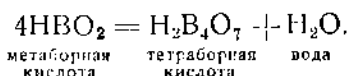
Таблица 31

t°	%H ₃ BO ₃	t°	%H ₃ BO ₃	t°	%H ₃ BO ₃
0	2,59	50	10,35	99,5	28,10
12,2	3,69	60	12,90	107,5	36,70
21	4,90	69	15,58	115,0	45,00
31	6,44	80	19,11	120,0	52,40
40	8,02	90	23,30		

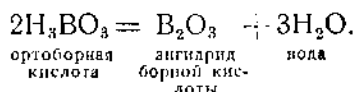
При 107°, теряя часть воды, ортоборная кислота переходит в метаборную кислоту HBO₂ по схеме:



При 140—160° переходит в тетраборную кислоту по схеме:



При красном калении теряет всю воду, переходя в борный ангидрид B₂O₃ по схеме:



При растворении в воде мета- и тетраборной кислот, а также борного ангидрида все они переходят обратно в ортоборную кислоту.

Водные растворы борной кислоты (1 : 50) имеют слабо кислую реакцию на лакмус. Соли борной кислоты называют боратами.

Получение. В земной коре встречаются соединения борных кислот в виде минералов, напр. бура (тетраборнокислый натр Na₂B₄O₇), углексит (борнонатрокальцит Na₂O · 2CaO · 5B₂O₃ · 16H₂O) и др., переработкой которых получают борную кислоту.

Производство борной кислоты из углексита заключается в следующем. Измельченный минерал при нагревании растворяют в соляной кислоте. Раствору дают отстояться и отделяют от осадка декантацией; после охлаждения из раствора кристаллизуется борная кислота. Полученная этим способом кислота имеет значительные примеси железа и др. Борную кислоту очищают от примесей обработкой хлорной известью (окисление соединений железа), фильтрованием через животный уголь и перекристаллизацией.

Химически чистую борную кислоту обычно получают из химически чистой буры.

Сорта. Борную кислоту вырабатывают двух сортов: медицинскую и техническую.

Техническая борная кислота должна удовлетворять по стандарту (ОСТ НКТП 3235/2212) следующим требованиям: а) содержать борной кислоты H_3BO_3 не менее 99%; б) влаги не более 0,5%; в) нерастворимого остатка не более 0,1%; г) выдерживать испытание на содержание железа и тяжелых металлов.

Упаковка и маркировка. Борную кислоту упаковывают в деревянные бочки весом 50 и 100 кг нетто. Бочки внутри выкладывают оберточной бумагой. На дне бочки указывают: название завода и товара, вес нетто и брутто, номер партии и бочки и ОСТ НКТП 3235/2212. Борная кислота может быть также упакована в фанерные барабаны весом не более 50 кг нетто.

Применение борной кислоты в полиграфии. В фотомеханике. 1) Борная кислота входит в состав щелочных проявителей броможелатиновых пластинок. Добавка борной кислоты предохраняет негативы от пожелтения при продолжительном проявлении. Для этой цели обычно готовят 10%-ный раствор бромистого калия, насыщенный борной кислотой. 2) Применяется вместо бромистого кальция в качестве замедлителя. 3) Входит в состав кислого фиксажа.

В гальванотехнике. 1) Борная кислота входит в состав электролита ванн «быстрого» и «твердого» никелирования. 2) Входит в состав кислого электролита для хромирования печатных форм, как добавка с целью усиления свойства глубокого крытья.

В переплетно-брошировочных цехах. 2—3%-ный раствор борной кислоты применяют в качестве консервирующего вещества переплетных клеев.

VI. УКСУСНАЯ КИСЛОТА

Химическая формула уксусной кислоты: CH_3COOH ; молекулярный вес ее—60,03.

Свойства. Чистая 98—99%-ная уксусная кислота, называемая ледяной, — прозрачная жидкость с характерным очень резким запахом, застывает в массу бесцветных кристаллов при температуре 16—17°. Ледяная уксусная кислота имеет уд. вес 1,0563 и кипит при 118°. Она хорошо растворяется в воде во всех отношениях и сама является прекрасным растворителем многих органических веществ, например желатины, коллоксилина, клетчатки и др.; смешивается в любых отношениях со спиртом, эфиром, хлороформом и глицерином. 80%-ный раствор уксусной кислоты называют уксусной эссенцией. Уксус есть 5—10%-ный раствор уксусной кислоты в воде.

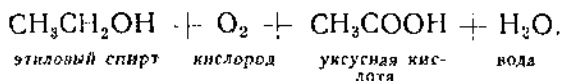
Уксусная кислота одноосновна, так как только один атом водорода способен замещаться металлом. Ее соли называют уксуснокислыми или ацетатами. Они хорошо растворяются в воде.

Получение. В промышленном масштабе уксусную кислоту полу-

чают тремя способами: 1) сухой перегонкой дерева (лиственных пород), 2) уксуснокислым брожением спиртовых жидкостей и 3) окислением ацетальдегида.

При сухой перегонке дерева образуется жидкость, разделяющаяся на два слоя: верхний—так называемый древесный деготь и нижний—подсмольная вода. Эта подсмольная вода помимо древесного спирта и ацетона содержит до 10% уксусной кислоты. Уксусную кислоту переводят в уксуснокальциевую соль действием гашеной извести (известковым молоком) или мелом, а затем отгоняют спирт и ацетон. Уксуснокальциевая соль, как нелетучая, по выпаривании остается в виде так называемого уксусного порошка. Соль разлагают соляной кислотой и выделившуюся уксусную кислоту перегоняют. В результате получают крепкую уксусную кислоту, или древесный уксус.

Процесс уксуснокислого брожения спиртовых жидкостей происходит только под воздействием особых организмов, так называемых уксусных грибов. При процессе уксуснокислого брожения происходит окисление винного спирта в уксусную кислоту по схеме:



Ледяная уксусная кислота может быть получена перегонкой водной уксусной кислоты и другими способами.

Сорта. В Советском Союзе значительное количество уксусной кислоты получают синтетически путем окисления ацетальдегида. Полученная этим способом кислота представляет собой бесцветную прозрачную жидкость с резким запахом, свободную от взвешенных частиц и смешивающуюся с водой в любых отношениях без всякого помутнения.

Синтетическую уксусную кислоту вырабатывают двух сортов: сорт I—для целей пищевых, реактивных и фармацевтических и сорт II—для производства уксусного ангидрида и ацетилцеллюлозы. Синтетическая уксусная кислота должна удовлетворять следующим техническим требованиям.

	I сорт	II сорт
1. Уксусной кислоты CH_3COOH не менее	97,50%	98,50%
2. Муравьиной кислоты HCOOH не более	0,05%	0,40%
3. Сумма уксусной и муравьиной кислот не менее	не нормир.	98,90%
4. Ацетальдегида CH_3CHO не более	0,040%	0,10%
5. Сульфатов в пересчете на SO_4 не более	0,0005%	0,001%
6. Хлоридов Cl^- не более	0,0004%	0,001%
7. Тяжелых металлов (гр. H_2S) не более	0,005%	0,001%
8. Железа Fe^{+++} не более	0,0005%	0,002%
9. Нелетучего остатка не более	0,005%	0,01%
10. Кислота должна выдерживать испытание на вещества, восстанавливающие перманганат.		
11. Кислота, предназначенная для целей пищевых и фармацевтических, должна выдерживать испытания на отсутствие тяжелых металлов гр. H_2S (в том числе и ртути) и мышьяка, предусмотренные для уксусной кислоты по государственной фармакопее.		

Сухой перегонкой дерева вырабатывают два сорта уксусной кислоты: чистую (80%-ная и ледяная) и техническую (30- и 60%-ную). Уксусная кислота по стандарту (ОСТ ВКС 717 и ОСТ ВКС 718) должна удовлетворять следующим техническим требованиям.

Таблица 32

Показатели качества	Чистая		Техническая	
	80%-ная	ледяная	30%-ная	60%-ная
Содержание уксусной кислоты (CH_3COOH) (в вес. процентах)	$80 \pm 0,5$	Не менее 98	30 ± 1	60 ± 1
Сухого остатка (в %) не более	0,02	0,02	0,08	0,04

Уксусная кислота, полученная сухой перегонкой дерева, должна выдерживать испытания:

- а) на вещества, восстанавливающие перманганат;
- б) на содержание солей меди;
- в) на содержание солей свинца (испытания производят только для сорта «чистая»);
- г) на содержание серной кислоты и ее солей;
- д) на содержание соляной кислоты и ее солей.

Упаковка и маркировка. Для упаковки уксусной кислоты применяют стеклянные флаконы с притертыми пробками емкостью 20 л, помещаемые в деревянную обрешетку, края которой находятся не ниже, чем на уровне основания горла флакона, и обкладываемые снаружи (сбоку и снизу) соломой или деревянной стружкой. Поверх пробки горло флакона обвертывают пергаментной или гидронированной бумагой и обвязывают шпагатом.

Флаконы с кислотой, предназначенной для пищевых и фармацевтических целей, пломбируют.

К каждому флакону привешивают бирку с обозначением наименования завода, названия и сорта продукта, веса брутто и нетто, номера анализа и номера стандарта.

Применение уксусной кислоты в полиграфии. В литографии и офсете. 1) Слабые растворы уксусной кислоты применяют в качестве очищающих средств для алюминия. 2) Уксусная кислота входит составной частью в травящие растворы для алюминия. 3) Она применяется для восстановления восприимчивости пробельных мест литографского камня и цинка к жирным веществам туши, карандашей, красок и т. п. (отводка).

В фототехнике. Уксусная кислота служит для подкисления железного проявителя в мокроколлоидном процессе и в различных выразах с солями тяжелых металлов.

В гальванотехнике. Уксусная кислота применяется для подкисления никелевых ванн.

VII. ЩАВЕЛЕВАЯ КИСЛОТА

Химическая формула щавелевой кислоты: $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$; молекулярный вес ее—126,05.

Свойства. Щавелевая кислота—сильная органическая двуосновная кислота. Кристаллизуется с 2 молекулами воды в бесцветные прозрачные иглы. На воздухе кристаллы выветриваются, теряя часть воды, которая может быть совершенно удалена нагреванием до 70° . При осторожном подогревании щавелевая кислота сначала плавится в кристаллизационной воде, а затем частью возгоняется без разложения. При нагревании выше 189° она распадается на воду, угольную кислоту и окись углерода. Щавелевая кислота легко растворяется в воде и этиловом спирте, трудно— в эфире; как сама она, так и соли ее ядовиты.

Получение. Щавелевая кислота находится в виде калиевых и известковых солей в различных растениях: щавеле, кислице и ревене, откуда она раньше и добывалась. В настоящее время щавелевую кислоту получают переработкой древесных опилок или муравьинокислого натрия.

Древесные опилки (древесная мука) смешивают с раствором едкого кали или натрия и смесь высушивают на железных сковородах. Затем смесь постепенно нагревают, сплавляют до $170\text{—}240^\circ$ и выдерживают (при постоянном помешивании) при этой температуре до полного разложения органических веществ. Плав растворяют в воде и полученные соли щавелевой кислоты разлагают разбавленной серной кислотой; освобождающаяся щавелевая кислота выкристаллизовывается из раствора по охлаждению и очищается перекристаллизацией.

По новому способу щавелевую кислоту получают накаливанием смеси муравьинокислого и угольного калия. Чтобы совершенно очистить щавелевую кислоту от трудно отделимых сернокислых и щавелевокислых солей, ее извлекают горячим безводным спиртом или возгоняют при 157° .

По стандарту (ОСТ ВКС 4104) реактивные сорта щавелевой кислоты должны удовлетворять следующим требованиям:

а) содержание $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ для химически чистого препарата не менее 99,8%;

б) наибольшие количества допустимых примесей (в процентах):

Таблица 33

Допустимые примеси	Химически чистый	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые в воде вещества	0,002	0,005	0,01
2. Нелетучий остаток.	0,01	0,02	0,05
3. Хлориды Cl^-	0,002	0,002	0,005
4. Сульфаты SO_4^{2-}	0,001	0,002	0,005
5. Тяжелые металлы	0,0002	0,0005	0,001
6. Железо Fe^{++}	0,0002	0,0005	0,002
7. Азот N (общий из нитратов и солей аммония)	0,001	0,002	0,005

в) препарат должен выдерживать пробу на органические примеси; в тщательно прокаленной пробирке нагревают 1 г препарата с 10 мл серной кислоты (уд. веса 1,84) до прекращения выделения газов; для химически чистого препарата не должно быть потемнения, для чистого допускается едва заметное потемнение раствора.

Упаковка и маркировка. Реактивную щавелевую кислоту упаковывают в широкогорлые стеклянные банки со стеклянными притертыми или хорошими корковыми пробками, по 0,25; 0,5; 1; 2 и 5 кг нетто. Корковые пробки снизу защищают пергаментной бумагой. Сверху пробки закрывают пергаментной бумагой или эластичной капсулой. Каждая банка имеет этикетку с обозначением квалификации препарата: «химически чистый», «чистый для анализа» и «чистый», а также количества препарата, номера серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ ВКС 4104.

Техническую щавелевую кислоту упаковывают в фанерные барабаны вместимостью не более 150 кг, выложенные внутри пергаментной бумагой. На каждом барабане должны быть обозначены: название продукта, наименование треста и завода, вес брутто и нетто.

Применение щавелевой кислоты в полиграфии. В гальванотехнике щавелевую кислоту применяют для подкисления ванн при «сталировании» стереотипов.

В литографии и офсете. 1) 1—2%-ный раствор кислоты применяют как очищающее средство (сенсбилизатор) перед нанесением изображения на алюминий. 2) При гравировальных работах камень обрабатывают крепким раствором щавелевой кислоты; в результате образуется на поверхности камня тонкий стекловидный слой щавелевокислого кальция, плохо растворимого в воде и не воспринимающего жиры.

В фототехнике щавелевую кислоту применяют для изготовления некоторых светочувствительных бумаг с солями железа и платины. Щавелевая кислота входит в состав виража для бумаг с видимым копированием при вирировании с солями платины.

VIII. ЛИМОННАЯ КИСЛОТА

Химическая формула лимонной кислоты: $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$; молекулярный вес ее 210,08.

Свойства. Лимонная кислота получила свое название от того, что содержится в значительном количестве в соке лимона. Особенно много лимонной кислоты (до 6—7%) находится в соке незрелых лимонов. Она содержится также в апельсинах, клюкве и плодах крыжовника.

Лимонная кислота—бесцветные прозрачные кристаллы ромбической формы. Эта кислота трехосновна, так как только 3 атома водорода из 6, входящих в ее состав, способны замещаться металлом, образуя соответствующие соли. Лимонная кислота легко растворяется в воде и спирте. В эфире растворяется с трудом. Из водного раствора кислота кристаллизуется с 1 молекулой воды. В 100 частях воды при 15° растворяется 133 части лимонной кислоты, при 100° — 207 частей. Температура плавления кристаллов 70—75°.

Безводную лимонную кислоту получают высушиванием гидрата при 130° . Безводная кислота плавится при 153° . При нагревании до 175° безводная лимонная кислота разрушается, она отщепляет воду, превращаясь в аконитовую кислоту. При действии серной кислоты происходит отщепление муравьиной кислоты и образование ацетодикарбоновой кислоты. Если обработку серной кислотой производить при нагревании, то лимонная кислота распадается на углекислый газ и ацетон. При хранении лимонной кислоты в сырых помещениях она притягивает влагу и кристаллы расплываются.

Получение. Лимонную кислоту в промышленных количествах до последнего времени получали исключительно переработкой незрелых или порченных лимонов. Теперь значительные количества лимонной кислоты получают сбраживанием свекловичного или тростникового сахара при помощи особых плесневых грибов.

Лимонная кислота поступает на производство большей частью в кристаллическом виде и содержит 99—99,5% $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$.

Упаковка и маркировка. Лимонную кислоту упаковывают по 50 кг в деревянные бочки или ящики, выложенные внутри пергаментной или подпергаментной бумагой. На крышках бочек или ящиков указывают: наименование завода, наименование фабrikата, дату выпуска, номер бочки или ящика, вес нетто и номер стандарта.

Лимонную кислоту для нужд широкого потребления выпускают в стеклянных пробирках по 5, 10 и 25 г, закрытых корковыми пробками. Снизу пробки защищены пергаментной бумагой. Сверху пробки залиты парафином.

Применение лимонной кислоты в полиграфии. В литографии и офсете лимонная кислота входит как составная часть в травящий раствор для алюминиевых печатных форм.

В фотомеханике лимонная кислота служит составной частью метолового усилителя в мокроколлоидном процессе. Иногда она применяется в качестве консервирующего вещества наряду с сульфитом при приготовлении проявителей. 2—5%-ный раствор лимонной кислоты применяется как средство, прерывающее проявление при обработке бромосеребряных бумаг, а также как средство, уничтожающее желтизну белых мест отпечатков. Лимонную кислоту применяют при сенсibilизации пигментных бумаг с целью увеличить их сохранность.

IX. РАСТВОРЫ КИСЛОТ

По удельному весу кислот можно узнать их концентрацию, т. е. содержание HCl , Na_2SO_4 , HNO_3 и др. Например, самая концентрированная соляная кислота имеет удельный вес 1,2 и содержит 39,11% хлористого водорода. Обычно употребляемая в лабораториях соляная кислота имеет удельный вес 1,19 и содержит 37,23% хлористого водорода.

Чтобы узнать, сколько нужно взять крепкой исходной кислоты для получения кислоты данной концентрации, производят расчет.

Например, для того чтобы приготовить 1 л 5%-ного раствора соляной кислоты, исходя из имеющейся кислоты с удельным весом

1,19, по таблице узнают, что 5%-ный раствор соляной кислоты должен иметь удельный вес 1,024; следовательно, 1 л ее будет весить $1,024 \cdot 1000 = 1024$ г; в этом количестве должно содержаться чистого хлористого водорода:

$$\frac{100 - 5}{1024 - x} \Bigg| x = \frac{1024 \cdot 5}{100} = 51,2 \text{ г.}$$

Чтобы узнать, сколько нужно взять кислоты с удельным весом 1,19 и содержанием 37,23% хлористого водорода, составляют пропорцию:

$$\frac{100 - 37,23}{x - 51,2} \Bigg| x = \frac{100 \cdot 51,2}{37,23} = 137,5 \text{ г.}$$

Кислоты удобнее всего отмеривать объемами, поэтому узнают, какой объем имеют 137,5 г соляной кислоты удельного веса 1,19. Для этого 137,5 делят на 1,19 и получают результат — 115,5 мл. В сосуд наливают 115,5 мл соляной кислоты и доводят объем до 1 л, приливая воду.

При разбавлении концентрированных соляной, серной и азотной кислот соблюдают следующие правила.

Концентрированная соляная и азотная кислоты на воздухе дымят, и поэтому работать с ними нужно в вытяжном шкафу.

При разбавлении серной кислоты водой следует осторожно, при помешивании вливать кислоту в воду, а не воду в кислоту. Обязательное выполнение этого условия вызвано тем, что при смешении крепкой кислоты с водой происходит такое сильное разогревание, что иногда, если воды мало, она закипает, кислота разбрызгивается и может причинить серьезные ожоги. Если кислота попала на одежду или обувь, нужно быстро облить ее водой и нейтрализовать содой или нашатырным спиртом. В случае попадания кислоты на кожу рук или лица нужно немедленно обмыть эти места большим количеством воды (струей из водопроводного крана).

При разбавлении азотной кислоты нужно соблюдать те же правила, так как происходит разогревание смеси, хотя и не такое сильное, как в случае серной кислоты.

Х. ХРАНЕНИЕ КИСЛОТ И ЩЕЛОЧЕЙ

Большие запасы кислот необходимо хранить в специальном каменном помещении, изолированном от рабочих цехов. Асфальтовый или земляной пол кладовой должен быть покатым к центру для отвода промывных жидкостей и розлитых кислот в сточную трубу. В этой же кладовой одновременно хранят и запасы щелочей: соды каустической, поташа, гашеной извести, нашатырного спирта и т. п. На тот случай, если будет разбита бутылка с какой-либо кислотой или щелочью, необходимо иметь под-руками соответствующее средство для нейтрализации, а также водопроводные кран и шланг для промывки водой пола кладовой после нейтрализации. На видном месте должна быть вывешена инструкция о правилах хранения кислот и щелочей, о порядке разлива этих жидкостей в мелкую тару

и о способах нейтрализации пролитой жидкости. Бутыли с кислотами устанавливают на деревянных полках—помостах. Разливать кислоту из бутылей в мелкую тару можно лишь при помощи специального станка, соблюдая необходимые меры предосторожности.

Станок (рис. 32) состоит из железного, закрепленного особой собачкой в вертикальном положении футляра, подвешенного на горизонтальной оси. В футляр вставляют корзину с бутылкой, содержащей кислоту. При нажиме на высокий стержень корзина плавно наклоняется, и происходит разлив кислоты без разбрызгивания в мелкую рабочую тару. Разлив кислоты из большой бутылки в мелкие неизбежно требует наклона всей бутылки, вследствие чего нередко откалывается ее горло или же от неосторожного толчка ломается бок бутылки, и кислота разливается и разбрызгивается. Это влечет за собой потери самой кислоты и грозит ожогами рук или лица рабочих.

Ни в каком случае нельзя хранить вместе с кислотами (особенно с азотной) скипидар, нефтепродукты, спирт и другие органические продукты.

Реактивную кислоту хранят в шкафах вместе с другими реактивами, причем периодически контролируют состояние герметичности упаковки.

Расходное количество серной, азотной и соляной кислот хранят в вытяжных шкафах.

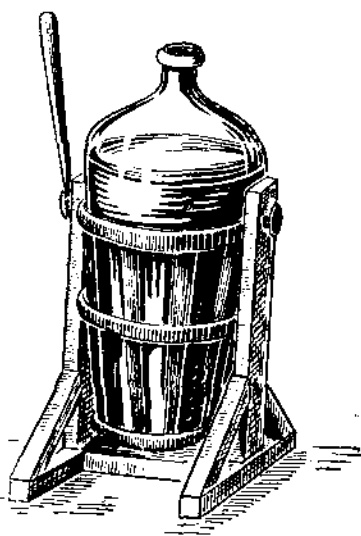


Рис. 32. Станок для разлива кислот

Глава восьмая

ЩЕЛОЧИ

I. НАТРИЙ ЕДКИЙ

(Каустик, сода каустическая)

Химическая формула NaOH . Молекулярный вес — 40,01.

Свойства. Едкий натрий представляет собой гидрат окиси натрия и входит в группу химических веществ, объединяемых общим названием «едких щелочей». Технический едкий натрий называется также каустической содой, или каустиком.

Чистый едкий натрий—твердое вещество в виде белых, непрозрачных, хрупких кусков или палочек, имеющих волокнистый излом. Удельный вес едкого натрия 2,0—2,13. Едкий натрий очень гигроскопичен: на воздухе он притягивает влагу и при этом расплывается.

Едкий натрий реагирует также с углекислым газом, содержащимся, например, в воздухе, в результате чего куски едкого натрия покрываются белым плотным налетом сравнительно негигроскопичного углекислого натрия или соды, что предохраняет от расплывания остальную массу вещества.

В воде и спирте едкий натрий легко растворяется, причем выделяется большое количество тепла. Поэтому едкий натрий нужно растворять в холодной воде, соблюдая большую осторожность (прибавлять едкий натр небольшими кусочками, не разбрызгивать растворы и др.). Более подробные сведения о приготовлении растворов щелочей см. в разделе «Растворение щелочей» в конце этой главы.

Растворимость едкого натрия в воде в зависимости от температуры следующая:

Температура (в °C)	12,3	18,0	40,2	57,8	64,3	80,0	110,0	159,0	192,0
Растворимость едкого натрия (в %)	50,8	51,7	56,4	62,8	68,5	75,8	78,2	81,1	83,9

С водой едкий натрий образует несколько гидратов с 1, 2, 3 и 5 молекулами воды.

Едкий натрий—типичное сильное основание и в 1N водном растворе диссоциирует на ионы в количестве 70%, а в 0,1N растворе—

в количестве около 95%. Он энергично реагирует с кислотами, образуя соответствующие прочные натриевые соли. Едкий натрий реагирует также с нейтральными солями других металлов, образуя гидраты окислов этих металлов. Например:



Как сильная щелочь, едкий натрий энергично омыляет жиры. Поэтому едкий натрий находит большое применение в мыловарении, где он получил название мыльного камня. При действии едкого натрия на жир образуется мыло и глицерин.

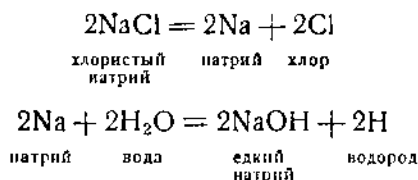
На кожу едкий натрий действует обезжиривающе, разъедающим образом. Поэтому твердый едкий натрий нельзя брать голыми руками: его нужно брать тигельными щипцами или пинцетом, в крайнем же случае руками, но в резиновых перчатках.

Едкий натрий имеет широкое применение в различных отраслях промышленности.

Получение. В заводской практике применяют следующие способы получения едкого натрия. 1) электролитический способ, 2) известковый способ и 3) способ Леви́га.

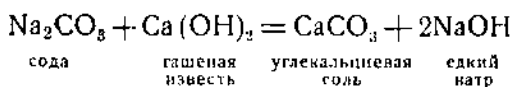
Электролитический способ. Главную массу едкого натрия получают электролизом поваренной соли. При электролизе водного раствора хлористого натрия на аноде выделяется хлор, а на катоде—натрий, который реагирует с водой с образованием NaOH и выделением водорода.

Реакция образования едкого натрия протекает по следующей схеме:



Известковый способ получения едкого натрия заключается в кипячении гашеной извести с раствором обыкновенной соды.

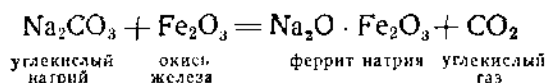
При действии извести на соду образуется углекальциевая соль CaCO_3 , не растворимая в воде, а в растворе остается едкий натрий:



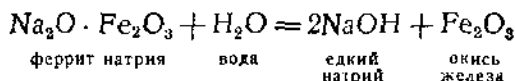
Отфильтровав осадок CaCO_3 и выпарив воду, можно выделить едкий натрий.

С о с о б Леви́га основан на свойстве углекислой соды разлагаться при прокаливании с окисью железа и образовывать соединение окиси натрия с окисью железа—так называемый феррит натрия

Схематично реакцию образования феррита натрия можно выразить следующим уравнением:



При действии на феррит натрия горячей воды он разлагается по уравнению:



Выделившаяся окись железа возвращается в производственный цикл, а раствор едкого натрия после очистки подвергают упариванию.

Химически чистый едкий натрий готовят из металлического натрия.

Сорта. В зависимости от количества содержащихся примесей и от способа получения едкий натрий разделяется на несколько сортов: 1) технический едкий натрий очищенный (стандарт Главхимпрома 27/1870), 2) сода каустическая (общесоюзный стандарт 5254), 3) реактивный едкий натрий (общесоюзный стандарт 7375).

Технический едкий натрий, очищенный по стандарту Главхимпрома 27/1870 (утвержден 29 декабря 1935 г.), должен удовлетворять следующим техническим требованиям:

1. Внешний вид—белые, сильно гигроскопические куски с кристаллической структурой в изломе.

2. Содержание едкого натрия (NaOH)—не менее 94%.

3. Содержание хлоридов (Cl)—не более 0,1%.

4. Содержание сульфатов (SO₄)—не более 0,05%.

5. Содержание кремнекислоты и веществ, осаждаемых аммиаком (SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃),—не более 0,2%.

6. Содержание азота (N)—общее количество из нитратов, нитритов и аммиака и пр.—не более 0,01%.

7. Содержание железа (Fe)—не более 0,004%.

8. Содержание тяжелых металлов—не более 0,005%.

9. Содержание кальция (Ca)—не более 0,08%.

10. Содержание соды (Na₂CO₃)—не более 3,0%.

Сода каустическая, или технический натрий, по стандарту ОСТ 5254 (утвержден 31 января 1933 г.) вырабатывалась четырех сортов—А, Б, В и Г. Сорт А изготавливается электролитическим или химическими способами и имеет преимущественное назначение для вязкой промышленности. Сорт Б вырабатывают по способам: известковому и Левига. Сорт В изготавливают электролитическим способом, причем плавка производится в открытых чугунных горшках с применением осветления. Сорт Г изготавливают также электролитическим способом, причем плавка производится под вакуумом, а осветление не применяется. Эти сорта каустической

сода по стандарту должны удовлетворять следующим техническим требованиям (в процентах):

Показатели качества	С о р т а			
	А	Б	В	Г
Содержание едкого натрия (NaOH) не менее	95	94	92	90
Содержание углекислого натрия (Na_2CO_3), не более	2,5	3	3	3
Содержание хлористого натрия (NaCl), не более	1,5	2	3,75	3,75
Содержание сернистого натрия (Na_2SO_3), не более	0,5	Не нормируется		
Содержание кремнистого натрия (Na_2SiO_3), не более	0,5			
Содержание железа, алюминия, марганца (в виде $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Mn}_2\text{O}_4$), не более	0,03			
Содержание нерастворимого в воде минерального остатка (прокаленного), не более	0,1	0,15	0,15	0,2
В том числе железа в пересчете на Fe_2O_3 , не более	—	0,05	0,05	0,15
Цвет	Белый; допускается слабосиневатый оттенок	Белый; допускаются слабые цветные оттенки		Коричнево-серый

Упаковка. Натрий едкий технический очищенный упаковывают в керамиковые банки по 25—30 кг нетто. Банки закрывают керамиковыми или корковыми пробками, защищаемыми снизу пергаментной бумагой; сверху пробки заливают парафином, обертывают пергаментной бумагой и завязывают шпагатом. Каждая банка имеет этикетку или бирку с обозначением наименования треста и завода, названия и квалификации препарата, а также количества препарата, номера серии, номера анализа, знака контролера и номера стандарта.

Каустическую соду упаковывают в железные барабаны. На каждом барабане должны быть обозначены название и сорт продукта, наименование треста и завода, вес брутто и нетто, номер серии, номер анализа, знак контролера и номер стандарта. Барабан с каустической содой необходимо хранить в сухом помещении. Барабаны должны быть хорошо пропаяны со всех сторон. На открытом воздухе каустическая сода быстро увлажняется и расплывается, частично превращаясь в углекислый натрий от действия углекислого газа воздуха. При этом быстро ржавеет железо, и таким образом весь барабан приходит в негодность. Поэтому в случае обнаружения прорывленной тары необходимо немедленно содержимое переложить в новую.

Реактивный едкий натрий упаковывают в стеклянные банки емкостью 0,25—0,5—1 и 2 кг или глиняные банки емкостью 5 кг. Эти банки закрывают корковыми пробками. Стеклянные при-

тертые пробки непригодны, так как образующийся от действия углекислоты воздуха углекислый натрий и другие соединения спаивают пробку с горлышком. Сверху пробки заливают парафином и оборачивают пергаментом.

Помощь в несчастных случаях. При отравлении едкой щелочью дают пить масло: льняное, конопляное, прованское или хлопковое, а также молоко или белок. Для нейтрализации щелочи дают по столовой ложке разведенный уксус, лимонный сок или квас.

При наружных ожогах необходимо немедленно смыть чистой водой или мыльной водой попавшую на кожу едкую щелочь и затем обильно смазать пострадавшее место растительным маслом или салом. При ожоге глаз промыть их из шприца чистым маслом, пустить в глаза масло, белок, но не воду.

Применение едкого натрия в полиграфии. В печатных цехах раствор технического едкого натрия применяют как смывающее вещество в тех случаях, когда краска на печатной форме настолько сильно засохла, что обычные смывающие вещества (керосин, бензин, скипидар и т. п.) не действуют. В этих случаях обычно применяют водные растворы технического едкого натрия, концентрация которых колеблется от 3 до 10%, в зависимости от степени загрязнения печатной формы. После смывки печатной формы ее необходимо тщательно промыть теплой водой, чтобы удалить неизбежно остающийся после каждой смывки налет твердого вещества (углекислых солей натрия). Для просушки набор должен быть поставлен наклонно, чтобы излишняя вода легко стекала.

Раствор каустической соды можно применять для смывки печатной формы и шрифтов после отпечатания тиража, а также для чистки красочных корыт и машинных частей. Раствор каустической соды может быть также применен для мытья обтирочного тряпья.

Раствор едкого натрия не может быть применен для смывки вальцмассных валиков, так как вследствие выщелачивания глицерина водой вальцевая масса теряет свою эластичность. Раствор не может быть применен для смывки печатной формы на машине, так как на машине невозможно ополаскивание формы водой, а медленное испарение раствора задерживает дальнейшую печать. Кроме того, нельзя применять растворы щелочей для смывки деревянных шрифтов, так как они разрушают дерево.

К недостаткам раствора едкого натрия как смывочного вещества относится разрушающее его действие на щетки, применяемые при смывке печатных форм. Едкий натрий разъедает руки и разрушает ткани (спецодежду), поэтому при промывке печатной формы необходимо беречь руки от попадания на них щелочи. Если же в процессе работы это все-таки случится, то следует тщательно промыть руки холодной водой.

В литографии и офсете раствор едкого натрия применяют иногда при шлифовке литографского камня, а также для удаления старых рисунков с цинка и алюминия перед шлифовкой.

В фототехнике реактивный едкий натрий вводят в состав некоторых проявляющих растворов (с органическим проявителем) для ускорения процесса.

II. КАЛИЙ ЕДКИЙ (Поташ каустический)

Химическая формула— KOH . Молекулярный вес—56,1.

Свойства. Едкий калий представляет собой гидрат окиси калия и входит в группу химических веществ, объединяемых общим названием «едких щелочей».

Чистый едкий калий—кристаллического строения вещество в виде непрозрачных белых кусков или палочек. Удельный вес едкого калия—2,04. Едкий калий—сильно гигроскопическое вещество, расплывающееся на воздухе. Едкий калий, так же как и едкий натрий, способен поглощать углекислоту воздуха, в результате чего куски вещества покрываются слоем углекислого калия. Слой углекислого калия, в отличие от углекислого натрия, расплывается на воздухе.

В воде и спирте сухой калий легко растворяется с выделением большого количества тепла. При растворении едкого калия нужно соблюдать те же предосторожности, что и при растворении едкого натрия. Растворимость едкого калия в воде в зависимости от температуры следующая:

Температура (в °C)	8,8	15,0	22,5	32,8	33,0	49,0	88,5	110,0	134,6	143,0
Растворимость едкого калия (в %)	50,5	51,7	53,4	56,7	57,0	58,0	62,5	66,4	70,2	74,7

С водой едкий калий образует несколько гидратов—с 1, 2 и 4 молекулами воды.

Едкий калий, так же как и едкий натрий, типичное сильное основание, энергично реагирующее с кислотами, образуя при этом соответствующие соли калия. Едкий калий из растворов солей выделяет металлы в виде гидратов окислов. Едкий калий способен омылять жиры с образованием калийного мыла и глицерина. На кожу действует обезжиривающе, разъедающим образом. Едкий калий разъедает также, хотя и в незначительной степени, стекло.

Получение. Едкий калий получают теми же способами, что и едкий натрий. Главную массу калия производят электролитическим способом—из хлористого калия, а некоторое количество получают по известковому способу—из поташа. Способ Леви́га—сплавление поташа с окисью железа—не применяется, так как производство едкого калия не носит такого массового характера, как, например, производство едкого натрия.

Сорта. В зависимости от количества примесей едкий калий разделяется на несколько технических и реактивных сортов.

Технический едкий калий, вырабатываемый электролитическим способом из хлористого калия, по общесоюзному стандарту 3901 (утвержден 2 августа 1937 г.) должен удовлетворять следующим требованиям (в процентах):

Показатели качества	Высший сорт	Сорт А	Сорт Б
Внешний вид—плава (цвет)	Белый	Белый или светлосерый	Сиреневатый или слабофиолетовый
Едкого калия (KOH), не менее	96	94	88
Карбонатов (в пересчете на K_2CO_3), не более	2,0	3,2	3,5
Хлоридов (в пересчете на Cl), не более	0,75	1,0	1,35
Сульфатов (в пересчете на SO_4), не более	0,8	0,9	0,9
Железа (в пересчете на Fe), не более	0,005	0,05	0,5

Технический едкий калий очищенный по стандарту Главхимпрома 27-1872 (утвержден 29 декабря 1935 г.) должен удовлетворять следующим техническим требованиям:

1. Внешний вид—белые, сильно гигроскопические куски с кристаллической структурой в изломе.
2. Содержание едкого кали (KOH)—не менее 80%.
3. Содержание хлоридов (Cl)—не более 0,04%.
4. Содержание сульфатов (SO_4)—не более 0,05%.
5. Содержание кремнекислоты и веществ, осаждаемых аммиаком (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3)—не более 0,2%.
6. Содержание азота (N)—общее количество из нитратов, нитритов, аммиака, и пр.—не более 0,01%.
7. Содержание железа (Fe)—не более 0,004%.
8. Содержание тяжелых металлов—не более 0,005%.
9. Содержание кальция (Ca)—не более 0,08%.
10. Содержание поташа (K_2CO_3)—не более 4,0%.

Упаковка. Едкий калий упаковывают так же, как едкий натрий.

Едкий калий технический упаковывают в железные барабаны емкостью в 100 л, технический очищенный—в керамиковые банки по 25—30 кг нетто, а реактивные сорта—в стеклянные банки.

Едкий калий не следует хранить в банках с притертой пробкой, так как они быстро начинают «заедать».

Реактивные, наиболее чистые сорта едкого калия содержат 95—96% KOH. Реактивный едкий калий упаковывается так же, как и едкий натрий.

Помощь в несчастных случаях. При отравлении едким калием принимают те же меры, что и при отравлении едким натрием.

Применение едкого калия в полиграфии. В печатных цехах растров технического едкого калия применяют иногда как смывающее средство.

В литографии и офсете едкий калий применяют для полировки литографских камней и для удаления старых рисунков с цинка и алюминия.

В фототехнике реактивный едкий калий вводят в состав проявителей для ускорения процесса проявления, причем действие едкого калия в этом случае сильнее, чем едкого натрия.

III. АММИАЧНАЯ ВОДА

(Нашатырный спирт, гидрат окиси аммония, аммоний едкий, аммиак)

Химическая формула— NH_4OH . Молекулярный вес—35,05.

Свойства. Аммиачная вода, или нашатырный спирт, представляет собой раствор газа—аммиака—в воде. Аммиак в чистом виде—бесцветный газ с острым запахом, жадно растворяющийся в воде. Растворимость газа-аммиака в воде чрезвычайно велика, но убывает с повышением температуры. Один объем воды при нормальном давлении и при разных температурах растворяет следующее количество объемов аммиака:

Температура (в °C)	0	5	10	15	20
Растворяется объемов аммиака . . .	1049,6	917,9	812,0	727,2	654,0

При нагревании раствора аммиака до кипения происходит полное выделение газообразного аммиака.

Аммиак при нормальной температуре (15°) и давлении в 760 мм легче воздуха; он сгущается в жидкость при—40°, а при температуре—75°—твердеет.

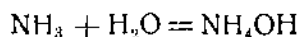
Аммиачная вода—бесцветная прозрачная жидкость с резким характерным запахом и ясно выраженными щелочными свойствами.

Образование аммиачных солей происходит при прямом соединении кислоты с аммиаком, без выделения воды. Влажный аммиак соединяется с хлористым водородом, образуя белые пары нашатыря.

Характерной особенностью нашатырного спирта является резкий запах аммиака. Кроме того красная лакмусовая бумажка резко синсеет, если ее подержать над открытой склянкой с нашатырным спиртом. Характерной особенностью аммиака является также его способность образовывать комплексные соединения (аммиачные). Очень прочными являются аммиачные комплексы меди, хрома и кобальта.

Водные растворы аммиака применяются в качестве щелочи для нейтрализации кислых растворов, осаждения нерастворимых в воде гидратов окисей металлов и т. д.

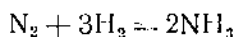
Получение. Аммиак обычно получают на газовом заводе как побочный продукт газового производства. Часть азота, который содержится в каменном угле, вместе с водородом последнего, дает газ—аммиак, который после очистки улавливается и растворяется в воде по схеме:



аммиак вода нашатырный спирт

В последнее время все более распространяется способ получения аммиака из азота воздуха путем соединения с водородом при высо-

кой температуре и высоком давлении, а также при участии различных катализаторов. Процесс идет по схеме:



азот водород аммиак

Вдыхание больших количеств аммиака вредно влияет на организм человека, поэтому необходимо нашатырный спирт держать в закрытой посуде, а работы с нашатырным спиртом следует производить в вытяжных шкафах.

Сорта. Вода аммиачная синтетическая техническая по стандарту Главазота 39-2195 (утвержден 29 апреля 1936 г.) вырабатывается двух концентраций: I—с содержанием не менее 25 вес. проц. аммиака и II—с содержанием не менее 20% аммиака. Стандартная аммиачная вода должна быть прозрачной, бесцветной (допускаются только слабая муть и незначительный осадок) и удовлетворять следующим техническим условиям:

	I	II
Удельный вес при 20°/о не менее	0,907	0,923
Остаток (от выпаривания 1 л аммиачной воды), высушенный при 100°	0,2 г	0,2 г

Медицинский нашатырный спирт готовят растворением аммиака в дистиллированной воде; он отличается высокой чистотой. Так, по общесоюзному стандарту 8881 предусмотрено отсутствие в медицинском нашатырном спирте солей серной, соляной, угольной и сероводородной кислот, а также солей кальция, тяжелых металлов, мышьяка, органических веществ и пиридиновых оснований.

Упаковка. Техническую аммиачную воду разливают в стеклянные бутылки. Бутылки закрывают глиняными или стеклянными пробками, которые обертывают материей, обвязывают бечевкой и обматывают слоем гипса. Бутылки помещают в безвоздушные деревянные обрешетки; снизу и с боков бутылки тщательно обкладывают соломой, стружкой или другими подобными материалами. К каждой бутылки привязывают бирку с обозначением завода, треста, наименования товара, концентрации, веса брутто и нетто, номера партии и номера стандарта.

Реактивные сорта нашатырного спирта упаковывают в стеклянные банки различной емкости с тщательно притертыми пробками. Сверху пробки защищены бумажной капсюлей и залиты парафином.

Хранить аммиак лучше всего в стеклянных банках с притертыми стеклянными пробками, так как корковые пробки с течением времени раздвигаются аммиаком. Большие запасы нашатырного спирта следует хранить в специальном изолированном помещении, например, в кладовых для хранения кислот и щелочей. Нашатырный спирт необходимо хранить в прохладном месте, защищенном от солнечных лучей, так как при повышении температуры скорость испарения аммиака увеличивается.

Применение нашатырного спирта в полиграфии. В фототехнике: 1) как средство для чернения усиленных сулемой негативов и позитивов; 2) как прибавка к хромированному альбумину; 3) вхо-

дит в состав холодных эмалей; 4) служит для приготовления фотографических эмульсий.

В полиграфии и офсете: 1) добавляют в краски для повышения их консистенции и нейтрализации свободных жирных кислот; 2) входит в состав хромовой ванны, в которую предварительно погружают бумагу для получения хроможелатинового слоя.

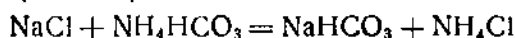
IV. УГЛЕКИСЛЫЙ НАТРИЙ

(Сода углекислая, сода кальцинированная, сода кристаллическая)

Промышленность основной химии вырабатывает соду в виде безводного углекислого натрия (Na_2CO_3) и в виде кристаллической соды, содержащей около 60% углекислого натрия и около 40% воды ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$). Технический углекислый натрий называют кальцинированной содой. Молекулярный вес безводной соды, т. е. Na_2CO_3 ,—106,00, а кристаллической—286,16.

Свойства. Сода хорошо растворима в воде с выделением тепла. Водный раствор соды показывает щелочную реакцию. От взаимодействия соды с кислотами образуются соответствующие натриевые соли. Раствор соды способен также в известных условиях соединяться со свободными жирными и смоляными кислотами, образуя мыла.

Получение. Сода встречается в природе в готовом виде, например, в воде содовых озер, которые имеются у нас в Западной Сибири и в других районах. Количество этих озер крайне невелико, поэтому основные количества соды производят химическим способом. Наиболее распространенный и совершенный способ получения соды—из поваренной соли. Первоначально получают кислый углекислый натрий (NaHCO_3):



поваренная соль	кислый углекислый аммоний	кислый углекислый натрий	хлористый аммоний
--------------------	---------------------------------	--------------------------------	----------------------

Кислый углекислый натрий отфильтровывают и нагреванием переводят в соду.

Сорта. Советская промышленность вырабатывает несколько стандартных сортов соды: сода кальцинированная, или технический безводный углекислый натрий, сода безводная, или безводный углекислый натрий, более чистый, чем технический, и сода кристаллическая.

Сода кальцинированная представляет собой белый мелкий порошок удельного веса 2,5, плавящегося при температуре около 850°. Растворимость кальцинированной соды в зависимости от температуры следующая:

Температура (в °C)	0	15	30	35,5	50	100
Растворимость соды (в %)	6,6	13,8	33,3	33,7	32,2	31,1

Уменьшение растворимости кальцинированной соды в воде при температуре выше $55,5^{\circ}$ объясняется выделением кристаллов моногидрата $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. При температурах ниже 32° из насыщенных растворов выкристаллизовывается кристаллическая сода состава $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

По общесоюзному стандарту 4892 (утвержден 1 апреля 1932 г.) кальцинированная сода, получаемая по аммиачному способу, должна удовлетворять следующим техническим требованиям:

- | | | |
|--|------|--|
| а) Кальцинированная сода должна быть белой, порошкообразной и растворимой в воде; при растворении допускается легкая муть. | | |
| б) Потеря при прокаливании в двойном тигле не более | 40% | |
| в) Содержание углекислого натрия (Na_2CO_3), не менее | 98% | } в прокаленном в двойном тигле веществе |
| г) Содержание хлористого натрия (NaCl), не более | 1% | |
| д) Содержание сернокислого натрия (Na_2SO_4), не более | 0,1% | |

Сода безводная реактивная по стандарту 7390 (утвержден в 1935 г.) должна содержать не менее 99% углекислого натрия; в ней также нормировано содержание хлоридов, сульфатов, фосфатов, тяжелых металлов, железа и др.

Сода безводная для фотографических целей (по Кириллову) должна удовлетворять следующим техническим условиям: 1) сода безводная представляет собой белый мелкий порошок, легко растворимый в воде; при растворении в воде допускается лишь легкая муть; 2) содержание углекислого натрия (Na_2CO_3)—не менее 98%; 3) содержание хлористого натрия (NaCl)—не более 0,5%; 4) содержание железа в пересчете на Fe_2O_3 —не более 0,01%; содержание растворимого в воде остатка—не более 0,05%.

Сода кристаллическая представляет собой различные по величине прозрачные кристаллы удельного веса 1,47. Кристаллическая сода легко выветривается на воздухе, т. е. теряет часть кристаллизационной воды и кристаллы покрываются налетом безводной соды. Кристаллы соды при температуре 34° начинают плавиться в своей кристаллизационной воде. Кристаллическую соду получают кристаллизацией из растворов кальцинированной соды при температуре ниже 32° .

Реактивный углекислый натрий в форме бесцветных прозрачных кристаллов по общесоюзному стандарту 7391 (утвержден в 1935 г.) должен содержать в обезвоженном препарате 99,8% углекислого натрия (Na_2CO_3) и только 0,2% различных примесей.

Кристаллическая сода для фотографических целей (по Кириллову) должна удовлетворять следующим техническим требованиям: 1) сода кристаллическая представляет собой бесцветные, прозрачные кристаллы различной величины, легко растворимые в воде; на кристаллах допускается белый налет выветрившейся соли; 2) содержание углекислого натрия кристаллического ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)—не менее 98,5%; 3) содержание хлористого натрия—(NaCl) не более

0,20%; 4) содержание железа в пересчете на Fe_2O_3 —не более 0,01%; 5) содержание нерастворимого в воде остатка—не более 0,03%.

Упаковка. Сода кальцинированная упаковывается в деревянные бочки по 150—200 кг или же в мешки по 80—100 кг. Она также упаковывается в фанерные барабаны по 5, 10 и 25 кг. В мелкой упаковке сода кальцинированная и безводная выпускается в картонных коробках, бумажных пакетах и в стеклянных банках.

Сода кристаллическая упаковывается в бочки, мешки и другую тару, так же как и сода безводная.

Применение соды в полиграфии. В печатных цехах раствор соды применяют как смывающее средство, так как сода омыливает свободные жирные и смоляные кислоты краски, что значительно облегчает удаление печатной краски с различных поверхностей. Нужно помнить, что на высохшие краски сода почти не действует и не смывает их с печатной формы. Поэтому 5—10%-ный раствор кальцинированной соды можно применять для вываривания или для мытья щеткой, пропитанной горячим раствором соды, печатных форм, предназначенных к разбору, красочных корыт и т. п. После применения соды необходимо обильное ополаскивание формы, корыт и т. п. горячей водой, чтобы избежать образования налета высыхающего содового раствора. Для смывки применяют только кальцинированную, а не кристаллическую соду.

В фототехнике сода входит составной частью в проявляющие растворы, так как процесс проявления бром-желатиновых пластинок может идти только в щелочной среде.

V. УГЛЕКИСЛЫЙ КАЛИЙ

(Поташ)

Химическая формула — $\text{K}_2 \cdot \text{CO}_3$. Молекулярный вес — 138,20.

Свойства. Поташ, или безводный углекислый калий,—белый кристаллический порошок или твердая белая аморфная масса. Поташ очень гигроскопичен и расплывается на воздухе. Поташ легко растворим в воде с выделением тепла. Растворимость поташа в зависимости от температуры следующая:

Температура (в °C)	10	20	30	40	50	60	70
Растворимость поташа (в %) . . .	52,2	52,9	53,3	53,9	54,8	55,9	57,1
Температура (в °C)	80	90	100	110	120	130	135
Растворимость поташа (в %) . . .	58,3	59,6	60,9	62,5	64,4	66,7	67,2

С водой поташ образует несколько гидратов, из которых главным является двухосновной $\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Водный раствор поташа имеет сильно щелочную реакцию. Углекислый калий вступает в реакцию с кислотами, образуя соответствующие соли калия. Поташ также способен омылять жиры, хотя и менее энергично, чем каустическая сода.

Получение. Поташ изготавливают несколькими способами: 1) из золы растений, 2) из паточного (бардяного) угля, 3) из промывных вод после обработки овечьей шерсти (из овечьего пота) и 4) из природных солей калия, главным образом из хлористого калия.

Поташ, полученный переработкой хлористого калия или других природных солей калия, называют минеральным поташом; его изготавливают различными методами: а) методом Леблана, б) методом Энгель-Прехта и в) электролитическим методом.

В настоящее время наибольшее значение имеет электролитический метод изготовления поташа. Электролитический поташ получают электролизом хлористого калия. Образующийся на катоде едкий калий в растворе карбонизируется пропусканием углекислого газа с образованием поташа.

Большое распространение имеет метод Энгель-Прехта, при котором холодный раствор хлористого калия подвергают обработке углекислым магнием и углекислотой. Образующаяся двойная соль двууглекислого калия и углекислого магния выделяется в виде кристаллического осадка, который отделяют на фильтрпрессе и обрабатывают кипящей водой, при этом получается раствор K_2CO_3 и в осадке $MgCO_3$. Раствор поташа упаривают и полученный сухой остаток прокалывают.

Сорта. Технический поташ вырабатывают трех сортов, которые по ОСТ 373 должны удовлетворять следующим техническим требованиям (в процентах):

	I сорт	II сорт	III сорт
1. Углекислого калия (K_2CO_3), не менее	96	94	91
2. Содержание хлористого калия (KCl) и сернокислого калия (K_2SO_4), не более	3,5	5,5	8,5
3. Содержание солей натрия в пересчете на окись натрия (Na_2O), не более	0,2	0,4	0,4
4. Нерастворимый осадок, не более	0,3	0,4	0,5
5. Влаг, не более	3,0	3,0	3,0

Примечание. Пункты 2, 3, 4 даны в пересчете на безводный продукт.

Реактивные сорта углекислого калия по ОСТу 7402 должны содержать не менее 97—99% углекислого калия. Кроме того, нормируется допустимое содержание хлоридов, фосфатов, тяжелых металлов, железа, нерастворимого остатка и др.

Упаковка. Реактивные сорта углекислого калия упаковывают в стеклянные банки с плотно притертыми пробками.

Технический поташ упаковывают в плотные деревянные бочки, выложенные внутри бумагой. Хранить поташ следует обязательно в сухом помещении.

Применение поташа в полиграфии. В печатных цехах технические сорта поташа применяют для смывки печатных форм подобно каустической соде; преимущество поташа состоит в том, что он не так сильно разъедает кожу рук.

В фототехнике реактивные сорта поташа входят составной частью в проявляющие растворы, так как процесс проявления (органическими проявителями) практически может идти только в щелочной среде.

VI. РАСТВОРЫ ЩЕЛОЧЕЙ

При изготовлении растворов едких щелочей (NaOH , KOH) нужно твердо усвоить, что куски щелочи голыми руками брать нельзя: их следует брать тигельными щипцами или пинцетом, в крайнем же случае руками, но в резиновых перчатках.

Нужное количество едкой щелочи отвешивают на технических весах в фарфоровой чашке или стакане. Нужно избегать применения стеклянной посуды, потому что она может легко разбиться и работающий может пострадать (крепкие растворы едкой щелочи разъедают кожу рук и одежду!). Применение стеклянной посуды допустимо только при изготовлении небольших количеств растворов щелочей. В этом случае куски щелочи предварительно измельчают, чтобы при насыпании в посуду не разбить ее. Для ускорения растворения раствор нужно перемешивать стеклянной палочкой. Растворение щелочей сопровождается сильным разогреванием раствора, в особенности в тех местах, где лежат куски щелочи.

Рекомендуется первоначально готовить крепкие растворы щелочей с содержанием щелочи 32—40% (удельным весом 1,35—1,45), так как в таких растворах многие примеси, содержащиеся в техническом едком натрии или едком калие, не растворяются и оседают на дно. Отстаивание примесей продолжается несколько дней (не менее 2). Раствор крепкой щелочи сливают в стеклянную банку и плотно закрывают пробкой во избежание попадания углекислоты воздуха.

Отстоявшуюся щелочь отделяют от осадка, осторожно переливая в другой сосуд. Для отделения отстоявшейся щелочи лучше всего пользоваться сифоном. Далее измеряют удельный вес и по таблицам узнают процентное содержание щелочи в растворе. Разбавление крепких растворов щелочей производят описанными выше способами.

Глава девятая

СОЛИ

I. БРОМИСТЫЙ КАЛИЙ

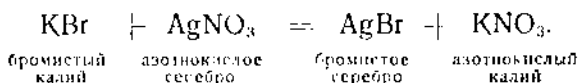
Химическая формула бромистого калия—KBr. Молекулярный вес его — 119,02.

Свойства. Бромистый калий представляет собой бесцветные кубические кристаллы уд. веса 2,69, с температурой плавления 750°. Бромистый калий хорошо растворим в воде и нашатырном спирте (аммиаке), трудно—в этиловом спирте. Растворимость бромистого калия повышается с повышением температуры, что видно из табл. 34.

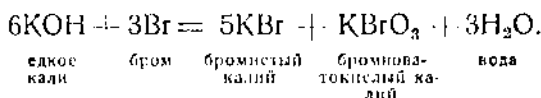
Таблица 34

Температура (в °C)	0	20	40	60	80	100
В 100 мл воды растворяется бромистого калия (в г)	54,1	65,0	76,0	86,0	95,6	105,0

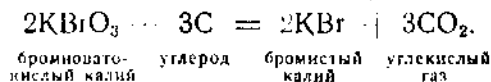
Бромистый калий вступает в реакцию с раствором азотнокислого серебра; при этом образуется желтоватый осадок бромистого серебра. Реакция идет по схеме:



Получение. Бромистый калий можно получить несколькими способами. Большим распространением пользуется получение бромистого калия из брома и едкого кали по схеме:



После выпаривания воды полученную массу прокалывают с углем для восстановления бромноватокислого калия. Восстановление идет по схеме:



Сорта. По общесоюзному стандарту (ОСТ ВКС 2599) допускается содержание в бромистом калии следующих максимальных количеств примесей (в процентах) (табл. 35).

Таблица 35

Допустимые примеси	Химически чистый	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые в воде вещества . . .	0,005	0,01	0,02
2. Щелочность K_2CO_3	0,01	0,03	0,05
3. Броматы BrO_3	0,0005	0,002	0,005
4. Сульфаты SO_4	0,002	0,005	0,01
5. Азот N (общий из нитратов, нитритов, аммиака и пр.)	0,001	0,002	0,002
6. Барий Ba	0,002	0,004	0,008
7. Кальций Ca	0,002	0,005	0,01
8. Магний Mg	0,001	0,003	0,005
9. Тяжелые металлы	0,0002	0,0005	0,001
10. Железо Fe	0,0002	0,0005	0,001
11. Хлориды Cl	0,05	0,2	0,8
12. Иодиды I	0,02	0,05	0,1

Упаковка и маркировка. Препарат упаковывают в стеклянные банки с хорошо притертыми стеклянными или хорошими корковыми пробками, по 0,1; 0,25; 0,5; 1; 2 и 5 кг нетто. Корковые пробки снизу защищены пергаментной бумагой. Сверху пробки закрывают пергаментной бумагой или эластичной капсулой. Каждая банка имеет этикетку с обозначением сорта препарата: «химически чистый», «чистый для анализа» и «чистый», а также количества препарата, номера, серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ ВКС 2599.

Применение бромистого калия в полиграфии. В фото механике. 1) Бромистый калий применяют в процессах проявления, усиления и ослабления сухих броможелатиновых негативов. 2) В производстве бромосеребряных желатиновых эмульсий. Для приготовления фотографических эмульсий, требующих, как известно, особенно чистых препаратов, применяют только стандартные реактивные сорта бромистого калия. В процессах же обработки светочувствительных слоев допустимо применение бромистого калия, удовлетворяющего следующим условиям:

а) препарат должен представлять собой белый кристаллический порошок или кристаллы, растворимые в воде;

б) содержание бромистого калия KBr не менее 98%;

в) содержание хлоридов в пересчете на хлористый калий KCl не более 1,7%;

г) содержание иодидов в пересчете на иодистый калий KI не более 0,13%;

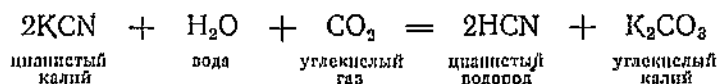
д) содержание железа Fe не более 0,005%;

е) содержание нерастворимого в воде остатка не более 0,05%.

II. ЦИАНИСТЫЙ КАЛИЙ

Химическая формула цианистого калия — KCN. Молекулярный вес его — 65,11.

Свойства. Цианистый калий представляет собой бесцветные кристаллы кубической формы. Цианистый калий выпускают в продажу также в виде комков, палочек или белого порошка. Цианистый калий хорошо растворяется в воде и разбавленном этиловом спирте. В абсолютном этиловом спирте растворяется с трудом. Цианистый калий очень гигроскопичен и расплывается на воздухе. На воздухе под влиянием влаги и углекислого газа постепенно разлагается, превращаясь в углекислый калий (поташ) и выделяя чрезвычайно ядовитый цианистый водород по схеме:



Цианистый водород имеет характерный запах горького миндаля.

Цианистый калий — сильный яд, поэтому применение цианистого калия в полиграфии, а также и в других областях промышленности систематически сокращают.

Сорта. Химическая промышленность вырабатывает несколько сортов цианистого калия.

Реактивные сорта цианистого калия содержат 98—100% цианистого калия и до 2% примеси поташа.

Технический цианистый калий выпускают трех сортов с содержанием 95, 70 и 60% цианистого калия.

Упаковка. Цианистый калий упаковывают в металлические банки, которые затем запаивают. Небольшие количества цианистого калия можно хранить в стеклянных банках с хорошо притертыми пробками. На этикетке каждой банки должен быть рисунок черепа и надпись «яд». Цианистый калий хранят в специально для этого отведенном помещении, строго придерживаясь правил, предусмотренных специальной инструкцией.

При работе с цианистым калием нужно соблюдать следующие правила техники безопасности:

1. Нельзя вдыхать испарений, выделяемых цианистым калием.
2. Избегать прикасаться руками к цианистому калию, а если прикосновение произошло, то немедленно вымыть руки.
3. Не допускать разбрызгивания раствора.
4. Тщательно промывать посуду, в которой был цианистый калий.
5. Всегда хранить в плотно закрытой посуде как сухой, так и растворенный цианистый калий.
6. После работы с цианистым калием немедленно тщательно вымыть руки.

Применение цианистого калия в полиграфии. В фотомеханике. 1) Растворы цианистого калия применяют в качестве фиксирующего средства в мокроколлодионном процессе (5 г цианистого калия в 100 мл воды растворяют 2,75 г хлористого, 6,55 г бромистого и 8,23 г иодистого серебра). 2) Цианистый калий применяется

для ослабления негативов. 3) Для уничтожения желтой вуали на бромосеребряных отпечатках. 4) В усилителе Монкговена.

В гальванотехнике. Цианистый калий применяется в качестве декапирующего средства.

III. ДВУХХРОМОВОКИСЛЫЙ КАЛИЙ

(Бихромат калия, калиевый хромпик)

Химическая формула двуххромовокислого калия: $K_2Cr_2O_7$; молекулярный вес его — 294,23.

Свойства. Двуххромовокислый калий—оранжево-красные кристаллы в форме игл (столбиков) или таблеток уд. веса 2,70. При нагревании до 395° кристаллы двуххромовокислого калия плавятся; при белом калении распадаются на Cr_2O_3 и K_2CrO_4 . Кристаллы хорошо растворяются в воде и нерастворимы в спирте. Растворимость в воде сильно повышается вместе с повышением температуры, что видно из табл. 36.

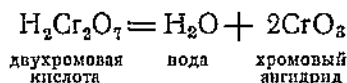
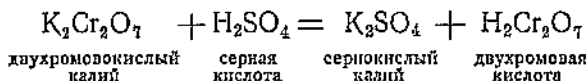
Таблица 36

Температура (в $^\circ C$)	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Растворимость двуххромовокислого калия (в %) . .	4,4	7,5	11,1	15,4	20,6	25,9	31,2	36,2	41,1	45,2	50,5

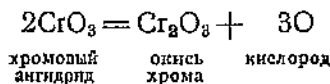
Раствор дает слабо кислую реакцию на лакмусовую бумажку и имеет горько-вяжущий вкус. Сохраняется хорошо.

Растворы солей хромовых кислот в кислой среде—сильные окислители. Это свойство хромовых солей используется между прочим для мытья лабораторной посуды. Так называемая «хромовая смесь» состоит из смеси равных объемов насыщенного на холоду раствора $K_2Cr_2O_7$ и концентрированной H_2SO_4 .

Окислительное действие растворов хромовых солей в кислой среде обусловлено тем, что кислота (в хромовой смеси—серная) вытесняет из двуххромовокислого калия двуххромовую кислоту. Двуххромовая кислота в свободном виде не существует, так как сейчас же разлагается на воду и хромовый ангидрид, например:



Хромовый ангидрид в кислой среде является сильным окислителем, так как превращается в окись хрома и выделяет кислород.



Оксид хрома—коричневый порошок, не растворимый в воде.

Окисление хромовыми солями и хромовым ангидридом веществ, способных окисляться, происходит также и в водном растворе, например соли закиси железа быстро окисляются даже на холоду в соли—окиси.

Получение. Изготовление двуххромовокислого калия производят из природного хромистого железняка $\text{Fe}(\text{CrO}_2)_3$, залежи которого в СССР расположены на Урале. Хромистый железняк переводят в хромовокислый калий сплавлением на воздухе с углекислым калием (поташом). Сплав растворяют в горячем растворе поташа для осаждения побочного продукта реакции—хромовокислого кальция. Отфильтровав раствор хромовокислого кальция от углекислого кальция и других примесей, его упаривают и подкисляют серной кислотой; при этом хромовокислый калий переходит в двуххромовокислый калий. Из раствора двуххромовокислый калий извлекают кристаллизацией.

Сорта. К реактивным сортам двуххромовокислого калия по общесоюзному стандарту (ОСТ НКТП 7392/546) предъявляют следующие требования:

а) содержание $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ должно быть не менее 99,8%;

б) препарат может содержать следующие максимальные количества примесей (в процентах) (табл. 37).

Таблица 37

Допустимые примеси	Химически чистый	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые вещества	0,001	0,003	0,01
2. Хлориды Cl^-	0,002	0,005	0,01
3. Сульфаты SO_4^{2-}	0,01	0,025	0,05
4. Соли алюминия Al^{3+}	0,002	0,01	0,025
5. Соли кальция Ca^{2+}	0,005	0,01	0,02

Технический двуххромовокислый калий называют хромпиком. Хромпик по стандарту (ОСТ НКТП 4315) должен удовлетворять следующим условиям (в процентах):

	I сорт	II сорт
1. Содержать $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ не менее	98,5	98,0
2. Влаг не более	1	1
3. Нерастворимого минерального остатка не более	0,15	0,15

Упаковка и маркировка. Реактивный препарат упаковывают в стеклянные банки с хорошо притертыми стеклянными или хорошими корковыми пробками, по 0,1; 0,25; 0,5; 1; 2 и 5 кг нетто. Корковые пробки снизу защищают пергаментной бумагой. Сверху пробки закрывают пергаментной бумагой или эластичной капсулой. Каждая банка имеет этикетку с обозначением сорта препарата: «химически чистый», «чистый для анализа» или «чистый», а также количества препарата, номера серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ НКТП 7392/546.

Технический хромик упаковывают в деревянные плотные бочки весом нетто 150—200 кг. На каждой бочке должно быть отчетливо обозначено: наименование завода, название продукта, номер партии, вес брутто и нетто и ОСТ НКТП 4315.

Применение двуххромовокислого калия в полиграфии. В фото-механике. 1) Двуххромовокислый калий применяется для очувствления клея и альбумина. 2) Разведенный раствор двуххромовокислого калия и серной кислоты (воды — 1000 мл, двуххромовокислого калия — 5 г, серной кислоты концентрированной — 5 мл) является хорошим пропорциональным ослабителем. 3) Двуххромовокислый калий входит в состав отбеливающего раствора в процессе «бромойль». 4) Растворы $K_2Cr_2O_7$ применяются в качестве свето-фильтров при обработке мокроколлоидных пластинок для освещения темных лабораторий.

В глубокой печати $K_2Cr_2O_7$ применяется для очувствления пигментных бумаг.

В художественной фотографии служит очувствляющим раствором в многочисленных процессах на солях хрома (гуммиарабиковый процесс, масляный процесс, карбро и многие другие).

IV. ДВУХХРОМОВОКИСЛЫЙ АММОНИЙ

(Бихромат аммония)

Химическая формула двуххромовокислого аммония: $(NH_4)_2Cr_2O_7$; молекулярный вес его — 252,1.

Свойства. Двуххромовокислый аммоний — желтовато-оранжевый кристаллический порошок или большие красные кристаллы уд. веса 2,15, хорошо растворимые в воде, слабее — в спирте. В 100 мл воды при 15° растворяется 9 г двуххромовокислого аммония, при 30°—47 г и при 100°—422 г. На воздухе кристаллы не изменяются. При нагревании до 190—200° разлагаются с появлением пламени на азот, воду и окись хрома (зеленого цвета), трудно растворимую в обычных растворителях. Двуххромовокислый аммоний ядовит. И в обращении с ним требуется большая осторожность.

Сорта. По стандарту (ОСТ НКТП 7393/547) в реактивных сортах двуххромовокислого аммония могут содержаться следующие количества примесей (в процентах) (табл. 38).

Таблица 38

Допустимые примеси	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые в воде вещества	0,003	0,005
2. Щелочные металлы в виде сульфатов	0,9	1,6
3. Хлориды Cl'	0,004	0,01
4. Сульфаты SO_4''	0,015	0,05
5. Соли алюминия Al'''	0,005	0,01
6. Соли кальция Ca''	0,01	0,02

Упаковка и маркировка. Реактивный двуххромовокислый аммоний упаковывают в стеклянные банки с хорошо притертыми стек-

лянными или хорошими корковыми пробками, по 0,25; 0,5; 1; 2 и 5 кг нетто. Корковые пробки защищают снизу пергаментной бумагой. Сверху пробки закрывают пергаментной бумагой или эластичной капсулой. Каждая банка имеет этикетку с обозначением сорта препарата: «чистый для анализа» или «чистый», а также количества препарата, номера серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ НКТП 7393/547.

Применение двуххромовокислого аммония в полиграфии. Двуххромовокислый аммоний применяется в полиграфии для тех же целей, что и двуххромовокислый калий (см. предыдущий раздел настоящей главы).

В. ХЛОРИСТЫЙ АММОНИЙ

(Хлорид аммония, нашатырь)

Химическая формула хлористого аммония: NH_4Cl ; молекулярный вес его — 53,50.

Свойства. Химически чистый хлористый аммоний—белый мелкокристаллический порошок уд. веса 1,53. На воздухе не изменяется. При нагревании до 335° разлагается на аммиак и соляную кислоту, которые, соединяясь опять вне сферы нагревания, образуют плотный белый «дым», состоящий из мельчайших кристалликов нашатыря. Нашатырь легко растворяется в воде, трудно — в спирте. Растворимость в воде увеличивается с повышением температуры.

Таблица 39

Температура (в $^\circ\text{C}$)	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Растворимость нашатыря (в %)	23,0	25,0	27,1	29,3	31,4	33,5	35,6	37,6	39,6	41,6	45,6

Раствор имеет нейтральную реакцию.

Сорта. Реактивные сорта хлористого аммония по стандарту (ОСТ ВКС 2602) должны удовлетворять следующим требованиям:

а) содержать не менее 98,5% NH_4Cl ;

б) допустимые примеси не должны превышать следующих количеств (в процентах) (табл. 40):

Таблица 40

Допустимые примеси	Химически чистый	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые в воде вещества	0,002	0,005	0,01
2. Нелетучие вещества	0,005	0,02	0,06
3. Фосфаты PO_4	0,0005	0,001	0,002
4. Сульфаты SO_4	0,002	0,005	0,02
5. Роданиды CNS	0,001	0,005	0,01
6. Мышьяк As	0,00001	0,00005	0,0001
7. Тяжелые металлы	0,0005	0,0005	0,001
8. Железо Fe	0,00025	0,0005	0,001
9. Кальций и магний	0,002	0,003	0,01

в) препарат должен выдерживать испытание на содержание органических примесей;

г) препарат должен иметь нейтральную реакцию.

Технический хлористый аммоний (нашатырь) может быть в порошке или прессованный. Нашатырь по стандарту (ОСТ ВКС 56) должен содержать не менее 97% NH_4Cl ; содержание примеси NaCl не должно превышать 2%.

Упаковка и маркировка. Реактивный препарат упаковывают в стеклянные банки с хорошо притертыми стеклянными или хорошими корковыми пробками по 0,25; 0,5; 1; 2 и 5 кг нетто. Корковые пробки снизу защищены пергаментной бумагой. Сверху пробки закрывают пергаментной бумагой или эластичной капсулой. Каждая банка имеет этикетку с обозначением сорта препарата: «химически чистый», «чистый для анализа» или «чистый», а также количества препарата, номера серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ ВКС 2602.

Технический нашатырь упаковывают в деревянные бочки или ящики. На каждой бочке или ящике должно быть обозначено: название продукта, название треста, завода, вес брутто и нетто и ОСТ 56.

Хлористый аммоний сохраняется как в твердом, так и в растворенном состоянии неограниченное время. Нашатырь хранят в стеклянных широкогорлых банках, закрытых корковой пробкой.

Применение хлористого аммония в полиграфии. В фото механике. 1) Нашатырь иногда вводят в состав иодировок, применяемых при изготовлении мокроколлоидионных пластинок. 2) NH_4Cl с сулемой применяют в отбеливающих ваннах в процессе усиления негативов. 3) С раствором гипосульфита нашатырь образует так называемый «быстрый фиксаж» (воды—1000 мл, гипосульфита—250 г, хлористого аммония—50 г). 4) Нашатырь применяется также при пайке клише.

VI. БРОМИСТЫЙ АММОНИЙ

(Бромид аммония)

Химическая формула бромистого аммония: NH_4Br ; молекулярный вес его — 97,96.

Свойства. Бромистый аммоний—белые кубические кристаллы уд. веса 2,327, остро соленые на вкус, хорошо растворяющиеся в воде, труднее — в этиловом спирте и почти нерастворимые в эфире. В 100 мл воды при 15° растворяется 78 г бромистого аммония. В 100 мл спирта при этих же условиях растворяется только 3 г бромистого аммония. Бромистый аммоний очень гигроскопичен. Желтеет на свету вследствие выделения иода; хорошо сохраняется только в банках темного стекла с хорошо притертой пробкой. Водный раствор бесцветен, не имеет запаха, но при нагревании пахнет аммиаком вследствие разложения на аммиак и бромистоводородную кислоту. Свежеприготовленный раствор имеет нейтральную реакцию, после кипячения—кислую.

Реактивный бромистый аммоний по стандарту (ОСТ НКТП 7666/1658) должен содержать не менее 96,5% NH_4Br .

Наибольшее количество допустимых примесей (в процентах) (табл. 41).

Таблица 41

Допустимые примеси	Химически чистый	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые в воде вещества	0,002	0,005	0,01
2. Нелетучие вещества	0,01	0,05	0,2
3. Сульфаты SO_4^{2-}	0,005	0,01	0,02
4. Хлориды Cl^-	0,05	0,2	0,8
5. Иодиды I^-	0,02	0,05	0,1
6. Железо Fe	0,0002	0,0005	0,001
7. Тяжелые металлы	0,0005	0,0005	0,001
8. Кислотность HBr	0,01	0,03	0,05

Упаковка и маркировка. Реактивный бромистый аммоний упаковывают обязательно в банки темножелтого стекла с хорошо притертыми пробками.

Сверху пробки закрывают пергаментной бумагой или эластичной капсулой. Каждая банка снабжена этикеткой с указанием сорта препарата, веса нетто, номера серии, номера анализа и знака контролера.

Применение бромистого аммония в полиграфии. В фотомеханике. 1) Бромистый аммоний входит в состав иодировок, применяемых при изготовлении мокроколлоидных пластинок. 2) Применяется при изготовлении коллоидной эмульсии. 3) Входит в состав проявителя для коллоидной эмульсии. 4) Входит в состав сулемового усилителя.

VII. ИОДИСТЫЙ АММОНИЙ

(Иодид аммония)

Химическая формула иодистого аммония: NH_4I ; молекулярный вес его — 144,96.

Свойства. Иодистый аммоний—чрезвычайно гигроскопические бесцветные кубические кристаллы уд. веса 2,86. Очень легко растворяются в воде и этиловом спирте. Кристаллы иодистого аммония и особенно его водные растворы на свету разлагаются, окрашиваясь выделяющимся иодом в желтый цвет. Частично разрушенный светом продукт дает жестко работающие пластинки пониженной чувствительности. Поэтому иодистый аммоний нужно хранить в желтых банках в темноте.

Упаковка и маркировка иодистого аммония аналогична упаковке и маркировка бромистого аммония (см. предыдущий раздел настоящей главы).

Применение иодистого аммония в полиграфии. Иодистый аммоний входит в состав иодировок, применяемых при изготовлении мокроколлоидных пластинок.

VIII. ИОДИСТЫЙ КАДМИЙ

(Иодид кадмия)

Химическая формула иодистого кадмия: CdI_2 ; молекулярный вес его — 239,33.

Свойства. Иодистый кадмий — бесцветные кристаллы или чешуйки с перламутровым блеском, устойчивые на свету и воздухе. Кристаллы легко растворимы в воде, спирте и эфире.

Применение иодистого кадмия в полиграфии. Иодистый кадмий входит в состав иодировок, применяемых при изготовлении мокро-коллоидных пластинок.

IX. ХЛОРИСТЫЙ КАЛЬЦИЙ

(Хлорид кальция)

Химическая формула хлористого кальция: CaCl_2 ; молекулярный вес его — 110,99.

Химическая формула кристаллического: $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; молекулярный вес — 219,05.

Свойства. Хлористый кальций — большие бесцветные ромбические кристаллы уд. веса 1,65, горько-соленого вкуса. При температуре $29,5^\circ$ плавятся в кристаллизационной воде. При нагревании кристаллический хлористый кальций превращается в белую пористую массу вследствие потери 4 молекул кристаллизационной воды. При красном калении теряет остальную воду. Хлористый кальций хорошо растворяется в воде, спирте и ацетоне.

Растворимость хлористого кальция характеризуется следующими данными (табл. 42):

Таблица 42

t°	% CaCl_2	t°	% CaCl_2	t°	% CaCl_2
-55	29,9	40	53,5	100	61,4
-25	33,3	45,3	56,6	120	63,4
0	37,5	60	57,8	140	65,6
+10	39,4	70	58,6	170	71,8
20	42,7	80	59,5	175,5	74,8
29,8	50,1	90	60,4	—	—

По общесоюзному стандарту (ОСТ ВКС 5457) кальций хлористый плавленый (реактив) должен удовлетворять следующим техническим требованиям:

- 1) содержание CaCl_2 не менее 93%;
- 2) наибольшее количество допустимых примесей:

а) щелочность $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ — 1%;

б) магнезия и щелочных солей (в виде сульфатов) — 0,5%.

Упаковка и маркировка. Препарат упаковывают в стеклянные банки с хорошо притертыми стеклянными или хорошими корковыми пробками по 0,25; 0,5; 1; 2 и 5 кг нетто. Корковые пробки

снизу защищены пергаментной капсулой. Каждая банка имеет этикетку с обозначением количества препарата, номера серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ ВКС 5457.

Применение хлористого кальция в полиграфии. Хлористый кальций входит в состав нодировок, применяемых при изготовлении микроколлоидных пластинок.

X. АЗОТНОКИСЛОЕ СЕРЕБРО

(Нитрат серебра, ляпис, адский камень)

Химическая формула азотного серебра: AgNO_3 ; молекулярный вес его — 169,89.

Свойства. Азотнокислое серебро—белые пластинчатые, плавящиеся при 209° кристаллы без запаха или с незначительным запахом азотной кислоты. Азотнокислое серебро хорошо растворяется в воде и спирте. Растворимость азотнокислого серебра увеличивается с повышением температуры растворения. Азотнокислое серебро должно храниться в стеклянных банках с притертыми пробками, причем необходимо особенно оберегать азотносеребряную соль от попадания в нее бумажек, пыли и других органических примесей, так как от этого она разлагается с выделением черного металлического серебра.

Получение. Азотнокислое серебро получают растворением металлического серебра, а чаще сплавов серебра с медью в азотной кислоте и последующим удалением примесей и выделением азотнокислого серебра.

Азотнокислое серебро — исходный продукт для получения всех остальных соединений серебра, например бромистого, иодистого и хлористого.

Продажное азотнокислое серебро может содержать примеси: медь, свинец, свободную азотную кислоту и селитру.

Реактивные сорта азотнокислого серебра вполне пригодны для фотографических целей; они содержат по стандарту (ОСТ НКТП 7395/549) следующие количества AgNO_3 : химически чистый — не менее 99,9%, чистый для анализов — не менее 99,8% и чистый — не менее 99,7%. Реактивные сорта азотнокислого серебра содержат следующие максимальные количества допустимых примесей (в процентах) (табл. 43).

Таблица 43

Допустимые примеси	Химически чистый	Чистый для анализов	Чистый
1. Нерастворимые в воде вещества . .	0,003	0,005	0,015
2. Вещества, не осаждаемые соляной кислотой	0,02	0,04	0,08
3. Свободная азотная кислота HNO_3 . .	отсутствие	0,005	0,01
4. Сульфаты	0,002	0,004	0,006
5. Железо Fe^{+++}	0,0002	0,0004	0,001
6. Медь Cu^{++}	0,0004	0,0006	0,001
7. Свинец и висмут Pb^{++} , Bi^{+++}	0,004	0,01	0,02

В 110 г воды при 20° растворяется около 215,5 г AgNO_3 .

Упаковка и маркировка. Препарат упаковывают в банки оранжевого стекла с хорошо притертыми пробками по 0,05; 0,1; 0,25; 1 и 2 кг нетто. Сверху пробки закрывают пергаментной бумагой или эластичной капсулой. Каждая банка имеет этикетку с обозначением сорта препарата: «химически чистый», «чистый для анализа» и «чистый», количества препарата, номера серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ НКТП 7395/549.

Применение азотнокислого серебра в полиграфии. Растворы реактивных сортов азотнокислого серебра применяют для очувствления мокроколлоидных пластинок и для усиления (чернения) фотографических негативов.

XI. СЕРНОКИСЛОЕ ЗАКИСНОЕ ЖЕЛЕЗО

(Сульфат железа, железный купорос)

Химическая формула железного купороса: $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; молекулярный вес его — 278,02.

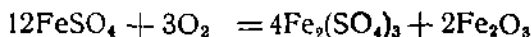
Свойства. Сернокислое железо — большие бледнозеленые кристаллы, очень хорошо растворяющиеся в воде, особенно при нагревании. Растворимость железного купороса в воде показана в табл. 44.

Таблица 44

t°	% FeSO_4	t°	% FeSO_4	t°	% FeSO_4
0	15,53	50,21	32,71	70,04	35,93
10	17,02	52	33,42	77	31,46
20,1	21,00	54,03	34,25	80	30,35
30,03	24,87	60,01	35,46	85,02	28,8
40,05	28,07	65,0	35,73	90,13	27,5

Из водных растворов железный купорос кристаллизуется с 7 молекулами кристаллизационной воды, что необходимо учитывать при составлении растворов заданной концентрации. На воздухе кристаллы выветриваются, теряя часть кристаллизационной воды; при этом двухвалентное железо постепенно окисляется в трехвалентное. В результате окисления образуется окисная сернокислая соль железа $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ и частично окись железа Fe_2O_3 .

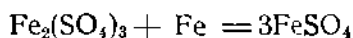
Реакция идет по уравнению:



закисное сернокислое железо	кислород	окисное сернокислое железо
		окись железа

Способность окисляться характерна не только для железного купороса, но и для большинства солей закисного железа. В растворах окисление идет быстрее, чем в твердом состоянии, поэтому растворы железного купороса нужно хранить в склянках, хорошо закрытых пробками. При подкислении раствора железного купороса какой-либо кислотой, например серной, лимонной и др., окисление

сильно замедляется. Для очищения железного купороса от образовавшейся при хранении окисной соли железный купорос растворяют и к раствору прибавляют несколько капель серной кислоты и кусочки железного лома. При кипячении подкисленного раствора железного купороса в присутствии металлического железа окисные соединения переходят в закисные по уравнению:



окисное
сернокислое
железо
железо
закисное
сернокислое
железо

Металлическое железо в данном случае необходимо также для перевода возможного избытка серной кислоты в сернокислое железо.

При нагревании до 100° железный купорос теряет 6 молекул воды, причем образуется $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; при дальнейшем подогревании до $250\text{--}300^\circ$ получают безводное сернокислое железо. При еще более сильном прокаливании железный купорос разрушается с выделением сернистого газа и образованием закиси железа, которая немедленно окисляется, переходя в окись железа.

Железный купорос при совместной кристаллизации с солями щелочных металлов и аммония образует двойные соли, которые достаточно устойчивы и не окисляются на воздухе. Для полиграфической промышленности имеет значение двойная соль закиси железа и аммония состава $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (соль Мора), применяемая иногда как проявитель в мокроколлоидном процессе.

Получение. В технике железный купорос получают действием на железные отбросы (обрезки железа, ржавые листы кровельного железа и т. п.) разбавленной серной кислотой. Железо растворяется в серной кислоте, образуя железный купорос и выделяя водород. Железный купорос выделяют из раствора кристаллизацией.

Согласно ОСТ ВКС 3409, в реактивных сортах железного купороса допускаются следующие максимальные количества примесей (в процентах) (табл. 45).

Таблица 45

Допустимые примеси	Химически чистый	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые в воде вещества . .	0,005	0,010	0,020
2. Хлориды Cl^-	0,0005	0,002	0,005
3. Медь Cu^{++}	0,002	0,005	0,010
4. Цинк Zn^{++}	0,005	0,010	0,020
5. Мышьяк As	0,00002	0,00005	0,00005
6. Щелочные и щелочноземельные металлы	0,05	0,1	0,2

Купорос железный технический по стандарту ОСТ ВКС 3896 должен удовлетворять следующим техническим условиям:

- а) содержание сернокислой закиси железа FeSO_4 не менее 52,5%;
- б) содержание нерастворимого остатка не более 0,5%;
- в) содержание свободной серной кислоты не более 0,3%.

Упаковка и маркировка. Реактивный железный купорос упаковывают в стеклянные банки с хорошими корковыми пробками по 0,25; 0,5; 1; 2 и 5 кг нетто. Снизу пробки защищены пергаментной бумагой. Сверху пробки закрыты пергаментной бумагой или эластичной капсулой. Каждая банка снабжена этикеткой с обозначением сорта препарата: «химически чистый», «чистый для анализа» и «чистый», а также количества препарата, номера серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ 3409.

Железный купорос технический упаковывают в деревянные бочки или ящики весом нетто не более 20 кг. На каждой бочке (или ящике) должны быть обозначены: название продукта, наименование треста, завода, вес брутто и нетто и ОСТ 3896.

Реактивные сорта железного купороса хранят в герметически закрытой стеклянной посуде в реактивном шкафу. Технический купорос хранят в прохладном месте с нормальной влажностью воздуха (слишком сухой воздух и повышенная температура способствуют выветриванию препарата).

Применение железного купороса в полиграфии. В фотомеханике раствор реактивных сортов железного купороса применяют в качестве проявляющего средства в мокроколлоидном процессе.

В гальванотехнике железный купорос — главная составная часть электролита железных гальванованн.

ХИ. ЖЕЛЕЗОСИНЕРОДИСТЫЙ КАЛИЙ

(Красная кровяная соль, красное синькали, гексацианоферрат калия)

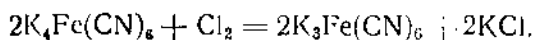
Химическая формула железосинеродистого калия: $K_3Fe(CN)_6$; молекулярный вес его — 329,19.

Свойства. Железосинеродистый калий (красная кровяная соль) кристаллизуется из растворов без кристаллизационной воды в форме красивых рубиново-красных блестящих кристаллов уд. веса 1,845. Кристаллы красной кровяной соли, хорошо растворяющиеся в воде, нерастворимы в абсолютном спирте. Водные растворы имеют желто-зеленый цвет. Растворимость в воде повышается с повышением температуры. Так, в 100 мл воды при 10° растворяется 26,8 г красной кровяной соли, при 15,6° — 29 г, при 37,8° — 37 г и при 100° — 43,7 г.

Водные растворы красной кровяной соли на свету разлагаются с образованием желтой кровяной соли. Процесс разложения ускоряется в присутствии органических веществ (сахара, щавелевой и лимонной кислот и др.).

Раствор красной кровяной соли с растворами солей закисного (двухвалентного) железа (железного купороса, хлорного железа) образует синий осадок — турбулевого сини.

Получение. Красную кровяную соль получают окислением желтой кровяной соли хлором. Реакция идет по уравнению:



желтая кровяная соль хлор красная кровяная соль хлористый калий

Реактивные сорта красной кровяной соли по стандарту (ОСТ ВКС 4103) должны удовлетворять следующим условиям:

а) содержание не менее 99% $K_3Fe(CN)_6$;

б) препарат может содержать следующие максимальные количества допустимых примесей (в процентах) (табл. 46).

Таблица 46

Допустимые примеси	Химически чистый	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые в воде вещества . . .	0,005	0,01	0,02
2. Железистосинеродистая соль $Fe(CN)_6^{4-}$. . .	0,05	0,05	0,10
3. Сульфаты SO_4^{2-}	0,005	0,01	0,02
4. Хлориды Cl^-	0,005	0,02	0,04

Упаковка и маркировка. Реактивные сорта препарата упаковывают в стеклянные банки желтого стекла с хорошо притертыми стеклянными пробками по 0,25; 0,5; 1; 2 и 5 кг нетто. Сверху пробки закрыты пергаментной бумагой или эластичной капсулой. Каждая банка имеет этикетку с указанием сорта препарата: «химически чистый», «чистый для анализа» и «чистый», а также количества препарата, номера серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ 4103.

Техническую красную кровяную соль упаковывают в деревянные бочки или ящики весом нетто не более 200 кг. На каждой бочке (или ящике) должно быть обозначено: название продукта, наименование треста, завода, вес брутто и нетто.

Применение красной кровяной соли в полиграфии. В фотомеханике. 1) Красная кровяная соль применяется для ослабления и усиления негативов. Ослабление (ослабитель Фармера) основано на реакции металлического серебра с красной кровяной солью и на растворимости продукта этой реакции — железистосинеродистого серебра — в гипосульфите. Усиление (свинцовое усиление) основано на реакции железистосинеродистого серебра с азотнокислым свинцом. Полученное ослабленное изображение чернят сернистым аммонием. 2) Красную кровяную соль применяют для получения ферро-пруссиатных копий. 3) Соль входит в состав различных выражей.

ХИМ. СЕРНОКИСЛАЯ МЕДЬ

(Сульфат меди, медный купорос)

Химическая формула медного купороса: $CuSO_4 \cdot 5H_2O$; молекулярный вес его — 249,72.

Свойства. Медный купорос — темносиние кристаллы, очень хорошо растворяющиеся в воде, особенно при нагревании (табл. 47).

Из водных растворов медный купорос кристаллизуется с 5 молекулами кристаллизационной воды, что необходимо учитывать при составлении растворов заданной концентрации.

В сухом воздухе медный купорос несколько выветривается и теряет часть воды. При нагревании выше 100° медный купорос

Температура (в °С)	0	15	25	50	100
Количество медного купороса, растворяющегося в 100 мл воды (в г)	14,8	19,3	23,05	33,5	73,6

начинает терять кристаллизационную воду, переходя последовательно в голубые гидраты: $\text{CuSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ и $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; при температуре выше 220° образует безводную сернокислую медь CuSO_4 в виде белого рыхлого порошка. Безводная сернокислая медь на воздухе притягивает влагу и переходит в кристаллогидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$). Порошок безводной сернокислой меди применяют для обезвоживания спирта (изготовление абсолютного спирта). Уд. вес медного купороса 2,29. Медный купорос, как и все соединения меди, ядовит. При прокаливании разлагается на порошок окиси меди, сернистый газ и кислород по схеме:



медный купорос окись меди сернистый газ кислорода

Получение. Технический медный купорос получают растворением медного лома или окиси меди CuO в серной кислоте.

Медный купорос может быть загрязнен соединениями железа и мышьяка, серной кислотой, нерастворимыми примесями и др. В зависимости от количества этих примесей различают несколько сортов медного купороса.

Реактивные сорта медного купороса по ОСТ ВКС 538 должны удовлетворять следующим требованиям:

- а) содержание $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ не менее 99,5%;
- б) препарат может содержать следующие максимальные количества примесей (в процентах) (табл. 48).

Таблица 48

Допустимые примеси	Химически чистый	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые вещества	0,002	0,005	0,1
2. Хлориды Cl^-	0,001	0,002	0,005
3. Железо Fe^{+++}	0,001	0,01	0,03
4. Соли металлов, не осаждаемых сероводородом	0,05	0,1	0,2

Технический медный купорос по стандарту (ОСТ НКТП 3902) должен удовлетворять следующим условиям (в процентах):

	I сорт	II сорт
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ не менее	98,2	96,2
Железа Fe не более	0,6	0,4
Мышьяка As не более	0,015	0,02
Кислотность H_2SO_4 не более	0,25	0,25
Нерастворимый остаток не более	0,10	0,45

Упаковка и маркировка. Реактивный медный купорос упаковывают в стеклянные банки емкостью 0,25; 0,5; 2 и 5 кг. Банки плотно закупоривают корковыми пробками, обернутыми в пергаментную бумагу, сверху пробки закрывают также пергаментной бумагой или специальной капсулой.

Технический медный купорос упаковывают в деревянные бочки емкостью 50—100 кг. На каждой бочке должно быть ясно обозначено: наименование завода, название и сорт продукта, вес нетто и брутто и ОСТ НКТП 3902.

Реактивные сорта медного купороса хранят в плотно закрытых стеклянных банках. Технический медный купорос хранят в прохладном помещении с нормальной влажностью воздуха. Слишком сухой воздух и повышенная температура способствуют выветриванию препарата.

Применение медного купороса в полиграфии. В гальванотехнике. Медный купорос служит главной составной частью медных гальванованн.

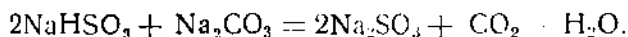
В фотомеханике. 1) Медный купорос прибавляют к железному проявителю в мокроколлоидном процессе. 2) Применяется в процессах усиления, ослабления и вирирования фотографических негативов и отпечатков.

XIV. СЕРНИСТОКИСЛЫЙ НАТРИЙ **(Сульфит натрия)**

Химическая формула безводного сернистокислого натрия: Na_2SO_3 ; молекулярный вес его — 126,06. Химическая формула кристаллического сернистокислого натрия: $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; молекулярный вес его — 252,18.

Свойства. Сернистокислый натрий (сульфит натрия или просто сульфит) — бесцветные кристаллы различной величины или порошок, хорошо растворимые в воде. Из водных растворов кристаллизуется сульфит натрия с 7 молекулами кристаллизационной воды, что необходимо учитывать при составлении растворов заданной концентрации. На воздухе кристаллы быстро выветриваются, вследствие чего их поверхность покрывается налетом белого порошка. Слабые растворы сульфита натрия сохраняются недолго, так как легко окисляются воздухом. Концентрированные растворы в герметически закупоренных банках сохраняются долгое время. Сульфит натрия обладает восстановительными свойствами; на этих свойствах основано его применение как консервирующего средства в органических проявителях.

Получение. Сульфит натрия получают действием на бисульфит натрия (бисульфитные щелока крепостью 38—40° Bé) раствором соды. Реакция идет по схеме:



бисульфит
натрия

сода

сульфит

углекис-
лый газ

вода

Сульфит натрия выделяют из раствора кристаллизацией. Безводный сульфит натрия можно получить нагреванием кристалличе-

ского продукта при обыкновенном давлении или под вакуумом и другими способами.

Сульфит натрия безводный — белый рассыпчатый порошок без запаха.

Реактивные сорта сернистоокислого натрия безводного в виде белого растворимого в воде порошка должны удовлетворять следующим условиям (ОСТ НКТП 576/114):

а) содержать Na_2SO_3 в препарате «чистом для анализа» не менее 90% и в «чистом» — не менее 85%;

б) максимальные количества допустимых примесей (в процентах) (табл. 49).

Таблица 49

Допустимые примеси	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые в воде вещества	0,01	0,02
2. Тяжелые металлы	0,0005	0,002
3. Железо	0,0005	0,002
4. Хлориды Cl	0,001	0,005
5. Мышьяк As	0,0001	0,0005

Кроме реактивных сортов сернистоокислого натрия промышленность вырабатывает два сорта сульфита натрия кристаллического: а) фотографический и б) технический.

Фотографический сульфит натрия по стандарту (ОСТ НКТП 4317) должен удовлетворять следующим требованиям: 1) цвет кристаллов должен быть белым; 2) содержание сернистоокислого натрия ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) не менее 87%; содержание углекислого натрия ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) не более 3%; 3) содержание железа в пересчете на FeO не более 0,0005% и 4) нерастворимого остатка не более 0,05%.

Технический сульфит натрия кристаллический по стандарту (ОСТ НКТП 4317) должен удовлетворять следующим условиям: 1) цвет кристаллов должен быть белым; допускается слабо желтый или серый оттенок; 2) содержание сернистого натрия ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) не менее 85%; содержание углекислого натрия ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) не более 4%; 3) содержание железа в пересчете на FeO не более 0,1%; 4) нерастворимый остаток не более 0,1%.

Упаковка и маркировка. Реактивные сорта сернистоокислого натрия упаковывают в стеклянные банки с хорошо притертыми стеклянными или хорошими корковыми пробками по 0,15, 0,5; 1 и 5 кг нетто. Корковые пробки снизу закрывают пергаментной бумагой. Сверху пробки закрывают пергаментной бумагой или эластичной капсулой. Каждая банка имеет этикетку с обозначением сорта препарата: «чистый для анализа», «чистый», а также его количества, номера серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ ВКС 5764/114.

Технический и фотографический сульфиты натрия упаковывают в прочные, чистые, сухие деревянные бочки вместимостью 130—150 кг нетто, выложенные внутри водонепроницаемой бумагой. На каждой бочке должен быть трафарет или прибитая к днищу бирка

с указанием: 1) наименования завода, 2) названия и сорта продукции, 3) даты выпуска из цеха, 4) веса брутто и нетто и 5) ОСТ НКТП 4317. Кроме того, должна быть надпись: «Продукт скоропортящийся».

Применение сернистокислого натрия в полиграфии. Сульфит натрия обладает восстановительными свойствами, и на них основано его применение в фотомеханике в качестве консервирующего вещества при приготовлении проявителей и кислых фиксажей.

XV. СЕРНОВАТИСТОКИСЛЫЙ НАТРИЙ (Тиосульфат натрия, гипосульфит, антихлор)

Химическая формула гипосульфита: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; молекулярный вес его—248,22.

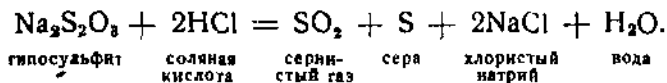
Свойства. Гипосульфит — бесцветные кристаллы различной величины, содержащие 5 молекул кристаллизационной воды. Кристаллы на воздухе устойчивы, но при температуре 35° выветриваются. При $45\text{—}50^\circ$ плавятся в собственной кристаллизационной воде; по охлаждении расплавленная масса остается жидкой, что объясняется способностью гипосульфита образовывать пересыщенные растворы. При 215° гипосульфит теряет свою кристаллизационную воду, а при 233° разлагается, выделяя серу. Гипосульфит хорошо растворяется в воде. Растворимость гипосульфита значительно увеличивается с повышением температуры, что видно из табл. 50.

Таблица 50

Температура (в $^\circ\text{C}$)	10	20	40	60	100
Количество безводного гипосульфита, растворяющегося в 100 мл воды (в г)	62	71	103	207	266

При растворении гипосульфита происходит сильное поглощение тепла, поэтому гипосульфит можно применять для изготовления охлаждающего раствора.

При длительном кипячении растворов гипосульфита он разлагается. Разложение гипосульфита наступает также при действии сильных кислот. Разложение идет по схеме:



Растворы гипосульфита показывают нейтральную реакцию на лакмус и метилоранж.

Гипосульфит реагирует с иодом по схеме:

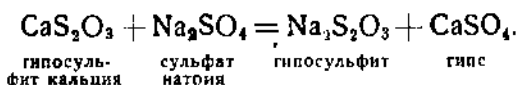
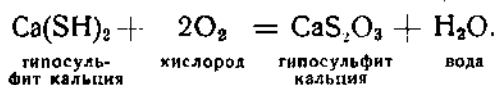


Характерной качественной реакцией для гипосульфита будет взаимодействие его водного раствора с соляной кислотой. Спустя некоторое время после смешения 6%-ного раствора гипосульфита с 50 мл 1/10N соляной кислоты происходит помутнение жидкости вследствие выделения серы в виде осадка. Одновременно раствор начинает сильно пахнуть сернистым газом.

В том случае, если раствор гипосульфита по каплям прибавлять в кипящую концентрированную соляную кислоту, происходит распад гипосульфита с выделением сернистого натрия и сероводорода.

Получение. В технике гипосульфит получают несколькими способами. Большим распространением пользуется способ получения гипосульфита окислением гидросульфита кальция $\text{Ca}(\text{SH})_2$ или из сернистого кальция CaS . Реакция происходит в две стадии: первоначально получают гипосульфит кальция, который затем выщелачивают сульфатом натрия.

Реакции протекают по схемам:



Советская промышленность вырабатывает три сорта гипосульфита: реактивный (ОСТ ВКС 2760), фотографический и технический (ОСТ НКТП 6703/360).

Реактивные сорта гипосульфита по стандарту (ОСТ НКТП 7496/560) должны удовлетворять следующим условиям:

- а) содержать $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ не менее 99%;
- б) препарат может содержать следующие максимальные количества допустимых примесей (в процентах) (табл. 51).

Таблица 51

Допустимые примеси	Химически чистый	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые в воде вещества . .	0,005	0,010	0,015
2. Кальций Ca^{++}	0,005	0,007	0,010
3. Сульфиды S^{--}	0,0003	0,0006	0,001
4. Сульфаты и сульфиты SO_4^{--} и SO_3^{--} .	0,10	0,15	0,20

Фотографический гипосульфит — бесцветные кристаллы, размером не менее 0,5 мм. Содержание серноватистокислого натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) должно быть не менее 99%. Содержание влаги — в пределах 35—36,3%. Железа не более 0,003%. Нерастворимый остаток не более 0,05%. Фотографический гипосульфит совершенно не должен содержать примесей сернистого натрия Na_2S . Для доказательства отсутствия сернистого натрия 1 г гипосульфита растворяют в 10 мл воды и прибавляют 0,5 мл ще-

лочного раствора окиси свинца. В течение 1 мин. раствор гипосульфита совершенно не должен темнеть. Щелочной раствор окиси свинца готовят прибавлением 10%-ного раствора едкого натра к 10%-ному раствору уксуснокислого свинца до растворения выпавшего осадка.

Технический гипосульфит — бесцветные или слегка желтоватые кристаллы различного размера. Содержание серноватокислого натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) должно быть не менее 97%. Содержание влаги, нерастворимого остатка и других примесей в техническом продукте не нормируется.

Упаковка и нормировка. Реактивные сорта упаковывают в стеклянные банки с хорошо притертыми стеклянными или хорошими корковыми пробками по 0,25; 0,5; 1; 2 и 5 кг нетто. Корковые пробки снизу защищают пергаментной бумагой. Сверху пробки закрывают пергаментной бумагой или эластичной капсулой. Каждая банка имеет этикетку с обозначением сорта препарата: «химически чистый», «чистый для анализа» и «чистый», а также количества препарата, номера серии, номера анализа, знака контролера и ОСТ 2760.

Фотографический и технический сорта гипосульфита упаковывают в деревянные бочки вместимостью 50; 150 и 200 кг нетто. На каждой бочке должны быть указаны: наименование треста и завода, название сорта продукта, номер партии, вес брутто и нетто и ОСТ НКТП 6703/360.

Хранить гипосульфит нужно в хорошо закрытой упаковке во избежание выветривания и загрязнения. При выборе тары нужно всегда помнить о способности гипосульфита легко расплавляться в кристаллизационной воде при слабом нагревании. Нужно также иметь в виду, что мелкокристаллический гипосульфит может со временем слежаться в очень твердую массу.

Применение гипосульфита в полиграфии. В фотомеханике. 1) 20—30%-ный раствор гипосульфита применяют в качестве фиксажа при проявлении мокроколлоидных и броможелатиновых пластинок, а также для фиксирования фотобумаг. 2) Гипосульфит входит как составная часть во многие ослабители (ослабитель Фармера, Белицкого и др.).

В фототипии раствор гипосульфита в глицерине и воде служит в качестве жидкости, вызывающей набухание и образование рельефа на фототипичных печатных пластинах.

В глубокой печати. Раствор хлористого серебра в гипосульфите применяется для серебрения печатных цилиндров.

XVI. АЛЮМОКАЛИЕВЫЕ КВАСЦЫ

(Калийные квасцы, двойная соль сернокислого алюминия и сернокислого калия)

Химическая формула алюмокалиевых квасцов: $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$. Молекулярный вес их — 948,90 (или химическая формула: $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ и молекулярный вес — 474,45).

Общее название квасцов носят комплексные соли серной кислоты

и двух металлов, один из которых трехвалентный, другой — одновалентный. Из числа трехвалентных металлов квасцы могут содержать алюминий, хром, железо и др. Из одновалентных металлов в их состав могут входить калий, натрий, аммоний и некоторые другие (например, $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$ — калиевоалюминиевые квасцы, $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ — аммониевоалюминиевые квасцы, $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2$ — калиевохромовые квасцы и т. д.).

Квасцы растворяются в воде и выпадают из раствора в виде кристаллов правильной формы (октаэдров) с 12 молекулами воды (например, $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$), что необходимо всегда учитывать при составлении растворов определенной концентрации. Вследствие наличия в квасцах двух металлов эти соли называют двойными сульфатами (сульфаты — соли серной кислоты).

Свойства. Из числа квасцов наиболее широкое применение имеют алюмокалиевые. Они очень часто называются просто квасцами и представляют собой бесцветные прозрачные правильной формы кристаллы. Квасцы имеют довольно ограниченную растворимость в холодной воде. Растворимость квасцов быстро увеличивается вместе с повышением температуры, что видно из табл. 52.

Таблица 52

Температура (в °C)	0	15	30	60	100
Количество квасцов, растворяющихся в 100 мл воды (в г) .	3,0	5,0	8,4	24,8	154

Получение. В лабораторных условиях квасцы можно получить, смешивая в стаканчике насыщенные растворы сернистого алюминия $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ и сернистого калия и сильно размешивая жидкость стеклянной палочкой. Через короткое время жидкость становится мутной и из нее осаждается большое количество мелких кристаллов двойной соли — квасцов.

Промышленный способ производства квасцов состоит в обработке предварительно прокаленной чистой глины концентрированной серной кислотой при нагревании. После удаления выпадающей при этом кремниевой кислоты к горячей жидкости, содержащей сернистый алюминий, прибавляют сернистый калий. При охлаждении из жидкости выпадают кристаллы квасцов. Для очищения их подвергают перекристаллизации.

Реактивные сорта алюмокалиевых квасцов по стандарту (ОСТ НКТП 7389/543) должны удовлетворять следующим требованиям: а) содержать (в пересчете на безводную) не менее 19,5% Al_2O_3 ; б) препарат должен содержать следующие максимальные количества допустимых примесей при расчете на водный препарат (в процентах) (табл. 53, см. стр. 178).

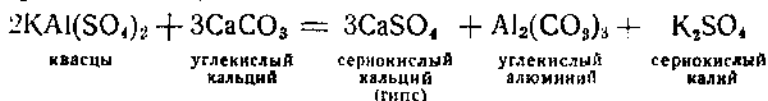
Стандартные технические алюмокалиевые квасцы (ОСТ НКТП 8869/2295) должны удовлетворять следующим условиям: 1) кристаллы квасцов должны быть прозрачны и иметь достаточно ясно

Допустимые примеси	Чистый для анализа	Чистый
1. Нерастворимые в воде вещества	0,005	0,01
2. Хлориды Cl^-	0,001	0,004
3. Аммиак NH_4^+	0,005	0,01
4. Железо Fe^{+++}	0,001	0,002
5. Железные металлы	0,001	0,002
6. Мышьяк As	0,00005	0,0001
7. Свободная серная кислота H_2SO_4	0,2	0,2

выраженную кристаллическую форму, 2) должны содержать не менее 10,5% окиси алюминия, что соответствует содержанию не менее 97,7% алюмокалиевых квасцов ($\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$), и 3) содержание железа в пересчете на окись железа Fe_2O_3 не более 0,01% и содержание нерастворимых в воде остатков не более 0,25%.

Упаковка и маркировка. Квасцы технические упаковывают в деревянные бочки емкостью 200 кг, выложенные внутри бумагой. На каждой бочке трафаретом должно быть обозначено: наименование завода, название продукта, вес брутто и нетто и ОСТ НКТП 8869/2295.

Применение алюмокалиевых квасцов в полиграфии. В литографии и офсете. 1) Квасцы применяют для так называемого «откисления» поверхности плоской печатной формы, т. е. для восстановления восприимчивости пробельных мест печатной формы к различным жировым веществам. Это бывает необходимым в случае внесения поправок в уже готовую печатную форму. 2) Квасцы являются основной составной частью очищающих растворов (сенсibiliзаторов), применяемых для обработки цинковых печатных форм перед нанесением рисунка. 3) Иногда производят обработку поверхности литографского камня квасцами (квасцевание камня) непосредственно после шлифовки или корнования, что позволяет получить более прочные печатающие элементы. Квасцевание состоит в смачивании поверхности камня раствором квасцов в течение 2—3 мин., после чего поверхность камня промывают водой и высушивают. Реакция между квасцами и углекислым кальцием (литографским камнем) идет по схеме:



Углекислый алюминий — вещество непрочное и в водной среде распадается на гидрат окиси алюминия $\text{Al}(\text{OH})_3$ и угольную кислоту, которая в свою очередь распадается на углекислый газ и воду. Сернокислый калий растворяется в воде и смывается с поверхности печатной формы. Поэтому на поверхности камня после его высыхания образуется белый налет не растворимых в воде гипса и гидрата окиси алюминия.

В фотомеханике алюмокалиевые квасцы применяют для дублирования желатины, входящей в состав светочувствительного эмульсионного слоя пластинок и фотобумаги, а также для «горячего» вирирования бромосеребряных отпечатков в тон сепии (совместно с гипосульфитом).

XVII. МЕЛ

Природный отмученный мел по химическому составу — более или менее чистый углекислый кальций CaCO_3 . Отмученные сорта добываемого в СССР мела содержат от 1,5 до 5% примесей, состоящих из углекислого магния, небольших количеств соединений железа и органических веществ. Хорошо отмученный мел — тонкий кристаллический порошок чистобелого цвета.

В холодной воде мел растворим в количестве 0,2%, а в горячей — до 0,9%. В кислотах мел растворяется с выделением углекислого газа и образованием кальциевых солей примененной кислоты. В щелочах мел нерастворим. Удельный вес его около 2,70.

В природе мел встречается в виде залежей, способ разработки которых зависит от местных условий и природы залежей.

Важнейшие месторождения мела в СССР: под Белгородом (самый чистый и лучший мел), в Средневолжском районе, в Куйбышевской области, в Донбассе, Харьковской области и др. Мел, добытый из залежей, обычно содержит посторонние примеси, преимущественно песок. На заводы мел поступает для определения этих примесей, а также для измельчения. Перед отмучиванием мел измельчают на бегунах или на шаровой мельнице.

Измельченный мел подвергают взмучиванию в больших чанах с водой. Через некоторое время взмученный мел начинает осаждаться на дно. В первую очередь осаждаются наиболее тяжелые частицы, т. е. песок и крупные частицы мела. Через некоторое время еще плавающий мел сливают вместе с водой в другой чан. Во втором чане осаждаются частицы более легкие, т. е. более мелкие, чем в первом. Через некоторое время неосевший мел сливают в третий чан. В каждом последующем чане получают все более мелкие осадки мела. Такое отмучивание позволяет получить мел любой степени измельчения. Осевший на дно чанов мел отделяют от воды и высушивают.

XVIII. МАГНЕЗИЯ

Белые, очень легкие, очень пушистые (объемистые) порошки, состоящие из окиси магния или углекислых солей магния, называют магнезиями. В зависимости от состава различают три типа магнезий: 1) жженую, 2) углекислую и 3) белую.

Магнезия жженная — белый рыхлый порошок, уд. веса 3,19—3,71, состоящий из окиси магния MgO , практически нерастворима в воде (растворимость при 18° равна $8,4 \times 10^{-4}\%$), но растворяется в кислотах с образованием соответствующих магниевых солей. Жженная магнезия постепенно притягивает из воздуха влагу и углекислый газ, частично переходя при этом в углекислый

магний. Смешанная с 10—12 частями воды, переходит через некоторое время в кашицеобразную массу состава $Mg(OH)_2$.

Магнезия углекислая — белый, рыхлый кристаллический порошок уд. веса 3,04, состоящий из углекислого магния $MgCO_3 \cdot 3H_2O$, практически нерастворима в воде (растворимость при 18° равна $1,1 \times 10^{-2} \%$), но растворяется в кислотах с образованием соответствующих магниевых солей. При нагревании до 100° теряет воду и углекислый газ; углекислый газ теряет также при кипячении с водой.

Магнезия белая (основной углекислый магний) — белый, рыхлый кристаллический порошок; состав приблизительно соответствует формуле: $5MgO \cdot 4CO_2 \cdot 5H_2O$. Практически нерастворима в воде (растворимость при 15° равна 0,02%), но растворяется в растворах аммонийных солей и кислотах.

Магнезия жженая (по стандарту — СТГПХ 15/1465) и магнезия белая (по стандарту — СТГПХ 15/1466) должны удовлетворять следующим техническим требованиям.

	Жженная	Белая
1. Окиси магния (MgO) не менее	92%	40—45%
2. Окиси кальция (CaO) не более	1%	0,5%
3. Полуторных окислов ($Al_2O_3 + Fe_2O_3$) не более	0,5%	0,3%
в том числе железа Fe_2O_3 не более	0,3%	—
4. Нерастворимого в соляной кислоте прокаленного остатка не более	0,2%	0,1%
5. Серной кислоты SO_3 связанной не более	0,6%	0,3%
6. Хлора Cl не более	0,02%	0,01%
7. Влаг не более	0,8%	2,5%
8. Потери при прокаливании не более	6%	—
9. Объем, занимаемый 1 г магнезии в 25 мл толуола, не менее	8 мл	6 мл
10. Тонина помола: магнезия должна полностью проходить через сито в 1600 отверстий на 1 см ² (100 меш.).		

Магнезию упаковывают в железные завальцованные барабаны или фанерные барабаны емкостью 100—200 л. На упаковке должны быть указаны: наименование завода, название продукта, вес брутто и нетто и номер стандарта: СТГПХ 1465/15 или СТГПХ 1466/15.

ХИХ. ТАЛЬК

Тальк, или кремнекислая магнезия, приближающаяся к химическому составу $4SiO_2 \cdot 3MgO \cdot 3H_2O$ (SiO_2 —63,5%; MgO —31,7%; H_2O —4,8%), — минерал кристаллического строения, встречающийся в природе в виде горной породы — талькового камня и талькового сланца. Эти породы, размолотые и освобожденные в большей или меньшей степени от посторонних минералов методами механического обогащения, дают продукт, называемый молотым тальком или тальковой мукой. Посторонними минералами, загрязняющими тальк, являются: водные окислы железа, кварц, хлорит, магнезит, актинолит, магнетит, серпентин и др. Водные окислы железа и магнетит в значительной степени понижают качество талька и наравне с хлоритом и серпентином понижают степень его белизны.

Молотый тальк — тонкий кристаллического строения порошок от чисто белого до серовато-, желтовато- или зеленовато-белого цвета. Тальк нерастворим в воде и кислотах, не плавится при нагревании. В зависимости от количества примеси окислов железа по стандарту (ОСТ НКТП 2522) различают пять сортов молотого талька (табл. 54).

Таблица 54

Сорта талька

Сорт	Цвет	Сумма окислов (FeO+Fe ₂ O ₃)	Количество окислов железа, растворимых в соляной кислоте, пересчитанных на Fe ₂ O ₃
I	Белый	Не более 2%	Не более 0,5%
II	Белый	Не нормируется	0,5%
III	Белый или сероватый	" "	1,0%
IV	} Сероватый, желтоватый или зеленоватый	" "	2,0%
V		" "	Не нормируется

Эти сорта должны обладать мягкостью и скользкостью составляющих тальк кристаллических частиц.

Сорта талька, предназначенные для косметической, химико-фармацевтической, кондитерской и резиновой промышленности, должны удовлетворять следующим дополнительным требованиям (табл. 55).

Тальк упаковывают в холщевые или джутовые совершенно чистые мешки весом брутто около 80 кг и в бумажные пакеты различной емкости.

Каждая партия молотого талька должна сопровождаться указанием на его сорт, месторождение, степень помола и цвет, кроме белого; последний цвет не маркируется.

Тонкость помола обозначается цифрой количества отверстий, приходящихся на 1 лин. сантиметр сита.

Для талька, предназначенного для кондитерской промышленности, устанавливается дополнительная маркировка: «пищевой»; для талька, предназначенного для химико-фармацевтической промышленности, — дополнительная маркировка: «медицинский».

Применение мела, магнезии и талька в полиграфии. В многокрасочной печати при недостаточно полном закреплении краски на оттисках — оттиски осторожно протирают мелом, магнезией или тальком при помощи мягкой шерстяной тряпки. Таким же образом обрабатывают оттиски, если они должны идти немедленно после печатания в резальную машину или в фальцовку.

Оттиски протирают тальком также и в тех случаях, когда краска на оттиске застыла и оттиск не принимает следующей краски. Застывание заключается в том, что слой краски на оттиске, высохнув, превращается в прочную, нелипкую, блестящую пленку, закрывающую поры бумаги. Талькированные оттиски позволяют хорошо нанести последующую краску.

Требования к тальку

Для косметической промышленности	Для кондитерской и химико-фармацевтической промышленности	Для резиновой промышленности
Влажность не выше 0,30%		
а) Потери при прокаливании на сильном пламени газовой горелки не более 8%	5%	8%
б) Отсутствие запаха, вкуса и растворимых в воде щелочей и солей железа	При прокаливании тальк может принимать лишь сероватый оттенок	6) Отсутствие спексаемости и значительного потемнения после прокаливания
в) Прокаленных растворимых в воде примесей не более 0,1%. Для косметических и химико-фармацевтических препаратов наружного употребления—наличие свойства приставать к коже		
г) Отсутствие блеска	г) Отсутствие металлов группы H_2S . Содержание мышьяка не более 0,0014%	в) Прокаленной нерастворимой части после обработки соляной кислотой пл. 1,05 не менее 92% г) Отсутствие содержания CO_2

Мел и магнезию прибавляют к печатным краскам для увеличения их вязкости.

Небольшие количества магнезии и талька прибавляют к печатным краскам для получения матовых оттисков. Прибавлять тальк можно только в очень небольших количествах, так как присутствие талька может иногда вызвать недостаточно прочное закрепление краски на оттиске: краска хотя и высыхает хорошо, но лежит на бумаге довольно слабо и стирается пальцем. Это объясняется прежде всего тем, что тальк совершенно не реагирует химически со связующими веществами. В противоположность тальку, магнезия и мел вступают в химическое соединение (омыление) с жирными кислотами связующих веществ; это свойство используется в печати для предотвращения недостаточно полного закрепления краски на оттиске.

В литографии и офсете. Иногда в процессе плоского печатания краски начинают закатывать пробельные места печатной формы («саят», «тенят» перевод). Для устранения зажиривания перевода, если оно вызвано повышенным содержанием в краске свободных жирных кислот, в краску прибавляют небольшие количества мела или магнезии. Мел и магнезия нейтрализуют в краске излишнее количество свободных жирных кислот, переводя их в соответствующие мыла.

При изготовлении плоской печатной формы тальком припудривают слой копировальной и переводной краски или краски при перекатывании для увеличения кислотопрочности слоя этих красок.

В цинкографии магнезию применяют тоновые травильщики и граверы для припудривания пластин для лучшей видимости рисунка.

Мел применяют часто для полировки цинковых пластин и очистки стекол для коллодиона.

Тальк применяют также в фотографии для полировки стекол при получении глянцевых отпечатков путем прикатки их к зеркальному стеклу.

Глава десятая

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ПОЛИГРАФИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

1. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ЛИТОГРАФСКИХ КАМНЕЙ

Печатно-технические свойства литографского камня и его тиражность надежнее всего можно проверить путем изготовления пробного перевода и последующего печатания тиража.

При первом перекачивании перевода (после нанесения краски) на камнях, обладающих хорошей жировосприимчивостью, рисунок не должен ослабевать. На камнях с несколько меньшей жировосприимчивостью должно быть заметно некоторое ослабление рисунка. Эти камни при условии квасцевания могут быть применены для печатания малотиражных и нетонких по рисунку работ (например, заливка, крупный штрих и т. п.).

Если при перекачивании перевода рисунок сильно ослабевает, камень бракуют. Для оценки качества перевода эталоном служит контрольный оттиск с оригинальной формы.

При печатании тиража первый оттиск каждой новой тысячи сравнивают с эталонами; при этом определяют качество печатной продукции и тиражеспособность камня. Эталоном для оценки качества печати служит оттиск, снятый с машинной печатной формы после изготовления перевода. Тиражеспособность высококачественного камня должна составлять в среднем не менее 15 тыс. оттисков.

Качество литографского камня может быть также установлено на основании лабораторного анализа. Этот анализ заключается в определении структуры камня, его водопоглощаемости, пористости, твердости, сопротивления сжатию и состава.

Структуру литографского камня определяют, рассматривая в микроскоп прозрачные шлифы камня. Для каждого камня изготавливают не менее трех шлифов. Характер микроструктуры литографских камней с хорошими и плохими печатными свойствами показан на рис. 1 и 2.

Водопоглощаемость определяют при медленном погружении в воду образцов камня. Для этого предварительно просушенные при 60° образцы камня размером 2 × 2 × 2 см помещают в кювету. На дно этой кюветы постепенно (со скоростью подъема уровня воды 1 см/час) поступает вода. Образцы остаются в кювете до полного их насыщения водой, что наступает обычно не ранее чем через 3 суток. Полное насыщение образца водой характеризуется достижением им постоянного веса. Водопоглощаемость вычисляют по формуле:

$$a = \frac{b_1 - b}{b} \cdot 100\%,$$

где a — водопоглощаемость камня в процентах,

b — вес просушенного образца камня,

b_1 — вес образца камня после вымачивания.

Пористость (кажущуюся) определяют по объемному количеству поглощенной воды при медленном погружении испытуемого образца камня в воду. Пористость вычисляют по формуле:

$$C = \frac{b_1 - b}{V} \text{ мл.}$$

где C — пористость в мл,

b — вес просушенного образца камня в г,

b_1 — вес образца камня после вымачивания в г,

V — объем образца в см³.

Твердость определяют с помощью пескоструйного аппарата Макензена. Под давлением в 3 атм. из сопла выпускают на образец струю люберецкого песка (5 см³ песка определенной зернистости). Глубина лунки, образующейся от струи песка, характеризует твердость камня. Чем меньше лунка, тем тверже камень, и, наоборот, чем больше лунка, тем мягче камень. За величину твердости принимают частное от деления 1000 на глубину лунки в миллиметрах.

Временное сопротивление сжатию определяют на 100-тонном прессе Амслера. Коэффициент сопротивления сжатию K образцов размером $5 \times 5 \times 5$ см определяют отношением наибольшей нагрузки P к первоначальной площади поперечного сечения F по формуле:

$$K = \frac{P}{F} \text{ кг/см}^2.$$

Анализ химического состава камня производят по следующей методике, проверенной и уточненной руководителем аналитической лаборатории Научно-исследовательского института полиграфической и издательской техники Н. В. Федоровой.

Для производства химического анализа необходимы следующие оборудование и реактивы: 1) аналитические весы, 2) сушильный шкаф (водяной или с электрообогревом и реостатом), 3) муфельная печь, 4) стаканы химические в 200—300 мл, 5) воронки химические (маленькие), 6) стаканчики для взвешивания (бьюксы), 7) пипетки, 8) фарфоровые тиглы, 9) фарфоровая ступка, 10) фарфоровые чашки, 11) молоток, 12) банки с притертыми пробками, 13) песчаная баня, 14) промывалка, 15) колбы Эрленмейера на 800 мл, 16) бюретка, 17) цилиндр мерный на 50 мл, 18) соляная кислота (уд. веса 1,19, 10%-ная и 1:1), 19) аммиак, 20) 4%-ный раствор щавелевокислого аммония, 21) 4%-ный раствор аммонийно-натриевой соли фосфорной кислоты $\text{NaNH}_2\text{HPO}_4$, 22) 1%-ный раствор метилоранжа, 23) раствор двухлористого олова (готовится растворением химически чистого олова в крепкой HCl до конца растворения), 24) насыщенный раствор сулемы (7—10%-ный), 25) раствор Рейнгарда (50 г $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 250 мл воды и прибавляют к охлажденной смеси 100 мл H_2SO_4 уд. веса 1,84, 300 мл воды и 100 мл H_3PO_4).

Подготовку средней пробы производят так: куски камня сначала разбивают молотком, потом полученные крупные куски разбивают в большой фарфоровой ступке по возможности до порошкообразного состояния. Измельченный таким образом камень ссыпают в стеклянную банку с притертой пробкой.

Полный химический анализ литографского камня включает в себя ряд определений. Приводим ниже важнейшие из них.

а) **Определение воды.** Навеска измельченного камня (около 1 г), отвешенная на аналитических весах, высушивается в сушильном шкафу при 100—105°С до постоянного веса.

Для расчета содержания воды (в процентах) потеря при высушивании в граммах (a) умножается на 100 и делится на взятую в определение навеску (b)

$$X = \frac{a \cdot 100}{b}.$$

б) **Определение углекислого газа CO_2 .** Навеска камня в 0,3—0,5 г, отвешенная на аналитических весах, прокаливается в муфеле до постоянного веса. Для расчета содержания CO_2 (в процентах) потеря при прокаливании в граммах (a) умножается на 100, делится на взятую в определение навеску (b) и из полученного числа вычитается найденный процент воды (c).

$$X = \frac{a \cdot 100}{b} - c.$$

в) **Определение нерастворенного в соляной кислоте остатка и SiO_2 .** 0,3 г камня, отвешенные на аналитических весах, переносят в фарфоровую чашку, растворяют в 10%-ной соляной кислоте и выпаривают на водяной бане досуха.

добавляют еще несколько капель соляной кислоты и опять упаривают до исчезновения запаха HCl . После этого в чашку добавляют 10 мл соляной кислоты (уд. вес 1,19) и нагревают чашку, покрыв ее часовым стеклом, 10 мин. Затем вливают в чашку горячей воды для растворения хлористых солей. Оставшийся осадок отфильтровывают, промывают горячей водой, прокалывают и взвешивают. Найденные количества нерастворившегося остатка пересчитывают в процентном отношении к взятой навеске.

Для определения кремневой кислоты содержимое тигля обрабатывают несколькими каплями серной и 7—8 мл плавиковой кислоты, затем их осторожно выпаривают, тигель прокалывают и взвешивают. Потеря в весе после обработки плавиковой кислотой выражает количественное содержание кремневой кислоты, количества которой пересчитывают в процентном отношении к взятой в определение навеске.

г) **Определение суммы $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$.** В фильтрате от нерастворимого в соляной кислоте остатка осаждают аммиаком полуторные окислы ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$) железа и алюминия, коагулируют их, как обычно, отфильтровывают и промывают теплой водой до исчезновения реакции на хлор. Осадок высушивают, прокалывают и взвешивают. Полученное количество осадка пересчитывают в процентах по отношению к взятой в определение навеске и считают как сумму $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$.

д) **Определение окиси кальция.** Фильтрат, получившийся после осаждения полуторных окислов железа и алюминия, нейтрализуют соляной кислотой (уд. вес 1,19) в присутствии метилоранжа до слабо кислой среды. Раствор нагревают до кипения и добавляют при помешивании 50 мл кипящего раствора щавелево-кислого аммония. После этого добавляют аммиака до щелочной среды и нагревают до посветления раствора (кальций при этом переходит в крупнозернистое состояние). Выпавший осадок, не дав ему отстояться, сейчас же переносят на фильтр, промывают горячей водой и растворяют на фильтре теплой соляной кислотой (1:1). Полученный раствор несколько разбавляют водой, нейтрализуют аммиаком и добавляют 20 мл щавелевокислого аммония. Выделившийся осадок тотчас же отфильтровывают, высушивают, сжигают и взвешивают. Полученные количества CaO пересчитывают в процентном отношении к взятой в определение навеске.

е) **Определение магния.** Фильтрат от определения кальция соединяют с основным фильтром (от первого осаждения кальция), немного упаривают, подкисляют соляной кислотой до слабо кислой реакции и при 30—40° осаждают магниевым раствором двухзамещенной аммонийно-натриевой соли фосфорной кислоты.

После этого раствор подщелачивают аммиаком, производят трение палочкой о стенки стакана и дают отстояться магнию в течение 2 час. Отстоявшийся осадок отфильтровывают, высушивают, сжигают и взвешивают. Полученные количества $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ пересчитывают в процентном отношении к взятой в определение навеске.

ж) **Определение железа.** Навеску камня в 1 г, отвешенную на аналитических весах, растворяют в соляной кислоте, освобождают от кремневой кислоты и осаждают в фильтрате полуторные окислы, как это описано в пп. «в» и «г».

Выпавший осадок полуторных солей отфильтровывают и на фильтрате растворяют в 25 мл соляной кислоты (1:1). Полученный раствор нагревают и восстанавливают железо, приливая по каплям из пипетки раствор SnCl_2 при помешивании до обесцвечивания жидкости (избегать избытка SnCl_2). Затем к несколько охлажденному раствору прибавляют в один прием 10 мл раствора сулемы, по истечении 5—10 мин. добавляют в колбу 25 мл раствора Рейнгаарда и воды и титруют перманганатом при постоянном размешивании до исчезающей розовой окраски. Параллельно с этим определением следует провести глухой опыт со всеми реактивами.

Расчет:

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{(a-b) \cdot K_m \cdot 0,01597 \cdot 100}{c}$$

где a — количество пошедшего KMnO_4 ,

b — количество KMnO_4 , пошедшего на глухой опыт,

K_m — поправка титра KMnO_4 ,

c — навеска, взятая в определение.

з) **Определение серы.** Фильтрат, оставшийся от полуторных солей, нейтрализуют соляной кислотой (уд. вес 1,19), нагревают до кипения и осаждают 10 мл кипящего раствора 10%-ного хлористого бария. Выпавшему осадку дают отстояться в течение ночи, отфильтровывают, сжигают и взвешивают. Коэффициент для пересчета BaSO_4 на серу равен 0,1373.

Найденные количества серы пересчитывают в процентных отношениях к взятой в определение навеске.

и) **Расчет количества Al_2O_3 .** Для определения содержания в камне Al_2O_3 найденное количество Fe_2O_3 (п. «ж») вычитают из найденной суммы $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ (п. «г»). Полученная разность выражает процент содержания Al_2O_3 .

II. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ РЕЗИНОВОГО ПОЛОТНА

Измерение ширины и длины пластины производят стальной рулеткой или метром.

Измерение толщины пластины и отдельно слоя резиновой накладки, отслаиваемой для этой цели, производят микрометром с точностью показаний до 0,01 мм. Количество тканевых прокладок определяют путем простого подсчета последних, для чего пластину разрезают по ее сечению в любом месте.

Для определения равномерности толщины пластины последние промеряются микрометром с точностью до 0,01 мм в разных точках.

Испытание тканей на разрыв и удлинение производят на динамометре Шоппера¹ с образцами стандартных размеров (рис. 33) 50 × 200 мм при скорости развода зажимов в 200 мм/мин.

Определение в нормальных условиях прочности связи между прорезиненными тканевыми прокладками и резиновой накладки со смежным слоем прорезиненной ткани проводят на образцах в 100 мм ширины на динамометре мощностью до 10 кг со скоростью разводов зажимов в 100 мм/мин.

Для определения прочности пластины на разрыв на последней вырубают образец в виде стандартной двусторонней лопатки (рис. 33) с рабочим участком в 25 мм по длине и 6,5 мм по ширине. Изменения производят обычным способом на динамометре со скоростью развода зажимов в 500 мм/мин.

Определение сопротивления пластин вытягиванию проводят на образцах шириной в 10 мм путем свободного подвешивания груза, необходимого для вытягивания образца на 5% первоначальной длины.

Вес груза должен быть не менее:

Для пластины	I типа	толщиной в 1,8 мм	2,0 кг
"	"	II " "	1,2 " "
"	"	III " "	2,2 " "
"	"	IV " "	3,0 " "
"	"	"	4,5 "

Набухание определяют или непосредственным смазыванием наружного резинового слоя пластины керосином, или путем погружения образца пластины на 1 час в керосин при температуре 15—20°С с последующим определением в процентах увеличения толщины пластины.

III. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ПОЛИГРАФИЧЕСКИХ ЛАКОВ

Технические условия Всесоюзного объединения лакокрасочной промышленности «Лакокраска»², заводы которого вырабатывают полиграфические лаки,

¹ Описание динамометра Шоппера приведено в книге Березина, Парилова и Спасского «Материаловедение полиграфического производства», ч. 1, Гизлегпром, 1939.

² Технический каталог Всесоюзного объединения «Лакокраска», вып. 4. Методы испытания лаков и красок. Под ред. И. Ф. Байкова и Н. З. Неймана. изд. Лакокраска, Л., 1934.

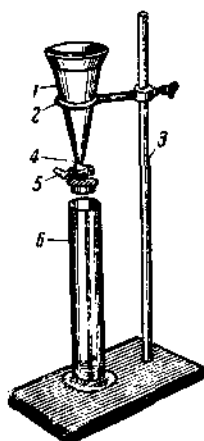


Рис. 34. Внешний вид воронки НИЛК

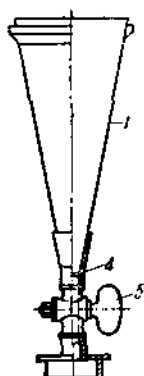


Рис. 35. Схема воронки НИЛК

предусматривают контроль следующих показателей качества лаков: 1) вязкость, 2) скорость высыхания, 3) сорность, 4) глянец, 5) эластичность и др.

Вязкость измеряют временем, в течение которого 100 мл испытуемого лака вытекают из отверстия прибора „воронка НИЛК“.

Прибор „воронка НИЛК“, внешний вид которого показан на рис. 34, а схема дана на рис. 35, представляет собой сосуд 1 конусообразной формы (воронку), закрепленный в кольце 2 металлического штатива 3.

Воронка изготовлена из белой жести или никелированной меди. Она имеет двойные стенки, между которыми находится слой войлока, предохраняющего от резкого изменения температуры лак, помещаемый внутри воронки. Высота воронки—150 мм, верхний внутренний диаметр—65 мм. Конусообразный сосуд воронка заканчивается отверстием 4 диаметром в 7 мм. Отверстие снабжено краном 5. Под отверстием помещают стеклянный мерный цилиндр 6.

Техника измерения вязкости состоит в том, что около 150 мл испытуемого лака, а также и самую воронку нагревают до 20°, после чего лак выливают в воронку. Посредством крана открывают отверстие в нижней части воронки и одновременно пускают секундомер. Измеряют время, в течение которого из воронки вытекает 100 мл испытуемого лака. Измерения производят два раза; расхождения между измерениями не должны превышать 1 сек. В случае, если разница между двумя параллельными измерениями превышает 1 сек., производят третье, контрольное измерение.

Скорость высыхания измеряют временем, в течение которого тонкий слой испытуемого лака на стеклянной пластинке превращается в твердую пленку. Измерения производят при $20 \pm 2^\circ \text{C}$.

Испытуемый лак, разжиженный спиртом до необходимой консистенции, выливают из пробирки на стеклянную пластинку размером 9×12 см и толщиной в 2—3 см. Благодаря своей консистенции лак довольно легко распределяется по поверхности стеклянной пластинки.

После этого стеклянную пластинку ставят под углом в 45° с таким расчетом, чтобы дать возможность стечь избыточному количеству лака, и затем уже помещают в горизонтальном положении в термостат.

Стеклянную пластинку 9×12 см предварительно промеряют микрометром в четырех местах, причем места замеров очерчивают кружками диаметром примерно в 1,5 раза большим, чем стебель микрометра. Затем на середину пластинки выливают 5 мл лака, быстро качая пластинку, распределяют его по всей поверхности и ставят пластинку в горизонтальном положении в термостат. После высыхания вторично производят измерение толщины в местах первых замеров, очерченных кружками. Вычитая из второго замера первый, получают толщину пленки, образующейся при распределении по пластинке 5 мл лака. После этого вычисляют количество миллилитров лака, необходимого для получения пленки толщиной в 40 м ($0,04$ мм) по формуле:

$$a = \frac{200}{b},$$

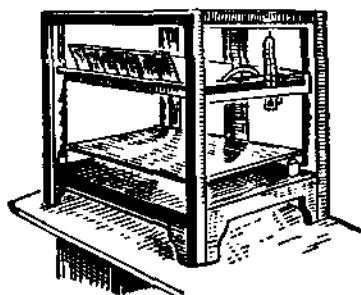


Рис. 36. Термостат для лаков

где a — количество миллилитров лака, необходимое для получения пленки толщиной в 40 μ ,

b — толщина пленки в μ , полученная при выливании 5 мл лака на стеклянную пластинку 1.

Некоторое количество миллилитров лака, равное a , выливают на середину пластинки 9×12 см и, распределив равномерно по всей поверхности, помещают в горизонтальном положении в термостат для сушки.

Термостат (рис. 36) представляет собой деревянный или металлический ящик длиной в 80 см, шириной в 60 см и высотой 100 см, боковые и верхняя стенки которого застеклены. Внутри термостата, на расстоянии не ближе чем на 40 см, расположено несколько полок со строго выверенными горизонтальными поверхностями. Полки имеют просветы площадью в 150 см² на каждые 0,25 м². Дно и боковые стенки термостата также имеют несколько круглых отверстий, затянутых марлей. Отверстия обеспечивают циркуляцию воздуха. Поэтому нельзя допускать закрытия отверстий в полках стеклянными пластинками. Термостат снабжен электрообогревом как обеспечивающим более равномерный нагрев по сравнению с обогревом электрическими лампочками.

Термостат имеет термометр и гигрометр. Постоянную влажность внутри термостата поддерживают посредством расположенных в четырех его углах стаканчиков с хлористым кальцием, который меняют не реже одного раза в пятидневку.

Различают два момента высыхания.

а) Высыхание «от пыли», т. е. когда слой лака еще жидкий, но уже покрылся тончайшей пленкой, предохраняющей от прилипания пыли. В этом случае при легком прикосновении пальцем на пленке не остается следа. Если же в этот момент нажать пальцем на пленку, то он оставит совершенно ясный и отчетливый отпечаток и пленка даст сильный отлип. Для определения высыхания «от пыли» можно также применить следующий способ: стекло со слоем лака вынимают из термостата через каждые 5—10 мин. и дышат на него, держа стекло на расстоянии 10 см от рта. Появление матового, исчезающего через некоторое время пятна служит критерием высыхания лака «от пыли». Время, прошедшее от начала опыта до появления пятна, принимают за время высыхания от пыли.

б) Полное высыхание, т. е. высыхание (затвердение) всего слоя лака, характеризуется отсутствием какого бы то ни было отлипа или отпечатка при сильном надавливании пальцем на пленку.

Сорность лака определяют непосредственным наблюдением соринки в высохшей пленке лака. Для этого испытуемый лак наливают на стекло и дают ему высохнуть в тех же условиях, что и при определении скорости высыхания. Затем в проходящем свете производят подсчет соринок.

Глянec определяют зрительно — наблюдением характера поверхности высохшего на стекле слоя лака. Степень глянца выражают следующими показателями: 1) высокий глянец, 2) средний глянец, 3) полумат и 4) мат. Иногда при измерении степени глянца применяют эталоны.

Эластичность измеряют отсутствием растрескивания пленки при сгибании на определенный угол.

Техника измерения несложна и состоит в следующем: испытуемый лак наносят на жестяные пластинки толщиной в 0,3—0,4 мм и размером 9×12 см. Порядок нанесения лака аналогичен описанному выше (см. испытание скорости высыхания). Определение эластичности производят на так называемой «шкале эластичности» (рис. 37). Шкала эластичности состоит из набора стержней, укрепленных в металлической станине. Шкала имеет три круглых стержня диаметрами в 20, 15 и 10 мм и три прямоугольных стержня толщиной в 5, 3 и 1 мм. Для измерения отрезают части жестяной пластинки со слоем лака шириной в 2 см. Полученные таким образом полоски затем изгибают на стержне. Изгибание производят последовательно на всех стержнях, начиная от стержня



Рис. 37. Шкала эластичности

наибольшего диаметра. Эластичность количественно выражают диаметром стержня, при изгибании на котором не происходит растрескивания лака.

IV. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ПАРАФИНА

Внешний вид контролируют сравнением с эталоном стандартного парафина.

Определение температуры плавления производят посредством прибора Жукова. Прибор Жукова (рис. 38) представляет собой двояровский сосуд, двойные стенки которого, с очень сильно разреженным пространством между ними, не дают содержимому быстро охлаждаться. Размеры прибора: внешний сосуд—диаметр 40 мм, высота 85 мм; внутренний сосуд—диаметр 24 мм, высота 70 мм. Прибор снабжен термометром от 30 до 85° с делениями через 0,2°.

Сопределение температуры плавления парафина производят следующим образом. Расплавленный парафин наливают в прибор, наполняя его приблизительно на $\frac{3}{4}$. Горлышко прибора закрывают пробкой со вставленным в нее термометром так, чтобы шарик термометра находился в центре парафиновой массы.

Когда температура парафина становится на несколько градусов выше ожидаемой точки плавления, прибор с содержимым начинают встряхивать вверх и вниз и продолжают это до тех пор, пока парафин не начнет мутнеть и пениться. Тогда прибор ставят на стол и каждую минуту (лучше всего по секундомеру) отмечают показания термометра до тех пор, пока весь парафин не затвердеет. За температуру плавления принимается та, близ которой столбик ртути термометра опускался наиболее медленно. Расхождения между двумя параллельными определениями не должны быть более 0,2°.

Определение содержания масла (по Гольде). Для этого определения необходима следующая аппаратура: 1) колбочки Эрленмейера на 50—160 мл; 2) воронка для холодного фильтрования типа Фляшера; воронка может быть фарфоровой или из некорродирующего металла (луженая медь, луженое железо, алюминий и т. д.); коожух воронки делается из оцинкованного железа; 3) колба Бунзена на 100—200 мл; 4) промывалка, сделанная из градуированной пробирки, емкость на 30 мл; 5) стеклянная палочка диаметром в 5 мм; 6) градуированная коническая мензурка на 10 мл; 7) ящик для льда; 8) водоструйный насос; 9) водяная ванна; 10) сушильный шкаф (водяной или электрический); 11) термометр на минус 20°.

Необходимые реактивы:

1. Этиловый спирт высушивается известью до получения удельного веса при 20° = 0,792.

2. Уксусноэтиловый эфир. Эфир-сырец проверяется на реакцию индикатором алькалиблэу. В случае, если реакция кислая, эфир нейтрализуется насыщенным раствором NaHCO_3 в воде, после чего промывается водой и высушивается прокаленным хлористым кальцием. Если реакция эфира окажется нейтральной, то производится только подсушка. Подсушенный эфир отгоняют на водяной бане или электрической печке, отбирая фракцию, кипящую в пределах 76—78°. Готовый эфир должен иметь удельный вес при 15° не выше 0,901.

3. Спирто-эфирная смесь 1:3. Смесь для анализа составляется из 1 части абсолютного спирта и 3 частей (по объему) приготовленного эфира.

4. Бензол. Бензол-сырец отгоняется на водяной бане или электрической печке и отбирается фракция, кипящая до 80,2°. Фракция отбирается после того, как будут истты совершенно прозрачные капли жидкости. Бензол должен выдерживать следующие испытания: в тарированную колбочку наливают 20 мл бензола, выпаривают на водяной бане до исчезновения запаха и высушивают в термостате при 98° два раза по 10 мин. После каждой подсушки колбочка охлаждается в эксикаторе и взвешивается. Привес не должен быть выше 0,001 г.

Приготовление пробы. От расплавленной пробы испытуемого парафина охлаждается 10—15 мл и прибавляется 1—2 г просушенного хлористого кальция. Высушенный парафин отфильтровывается через бумажные фильтры. Отфильтро-

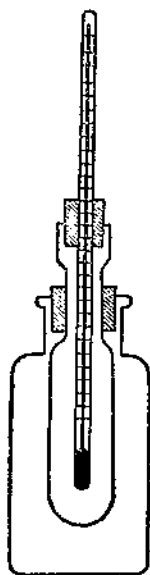


Рис. 38.
Прибор Жукова

ванный парафин промывают 5 раз спирто-эфирной смесью в количестве 7 мл каждый раз. Палочку тщательно смывают смесью в количестве 6 мл (одновременно промывая парафин в воронке), и растворитель отсасывается от осадка парафина в воронку. Затем из колуа воронки удаляется охлаждающая смесь, вместо нее наливают горячую воду, парафин растворяют горячим бензолом (20 мл), переводят раствор в колбочку, в которой велось осаждение.

Бензол упаривается на водяной бане до исчезновения запаха, и колбочка сушится в термостате по 10 мин. до постоянного веса в третьем знаке. Полученный результат дает количество парафина в первом осаждении. Фильтрат из колбы Бунзена сливается в тарированную колбочку и упаривается на водяной бане. К осадку добавляют 5 мл спирто-эфирной смеси и легким нагреванием осадок переводят в раствор.

Остальные операции производятся, как при первом осаждении. При втором осаждении на промывку колбочки тратится 10 мл (2 раза по 5 мл). Фильтрат второго осаждения упаривается, растворяется в 5 мл спирто-эфирной смеси и ставится на третье осаждение, которое ведется так же, как и первое. На промывку третьего осаждения употребляется 5 мл. Сумма трех осадений дает содержание парафина в анализируемой пробе. Масло определяется по разности (навеска минус содержание парафина равно содержанию масла).

Чтобы судить о качестве анализа, сводится баланс. Сумма трех осадений + масло (упаренный до постоянного веса фильтрат после третьего осаждения) не должна отличаться от взятой навески более чем на 0,3%.

Расхождение между двумя параллельными анализами должно быть не более 0,3%.

Примечания. 1. Охлаждение колбочек при -20° должно вестись в металлических коробках с крышками. Коробки помещаются в смесь льда с солью так, чтобы крышка была засыпана охлаждающей смесью.

2. Реактивы хранятся в стеклянной посуде с притертой пробкой в темном и прохладном месте.

3. Рабочее количество реактивов не должно превышать 250 мл.

4. Фильтрат после трех осадений должен застывать при температуре не выше $+15^{\circ}$; в противном случае анализ бракуется.

Определение цвета колориметром Штаммера. Колориметр Штаммера имеет набор эталонированных окрашенных стекол, называемых марками. Цвет первого стекла (марка 1) соответствует бесцветному (как вода) раствору. Цвет второго стекла (марка 2) соответствует цвету жидкости со слабейшим оттенком. Цвет третьего стекла (марка 3) соответствует жидкости еще более желтого цвета и т. д. Наконец, цвет шестого стекла (марка 6) подобен цвету крепкого чайного отвара.

Цвет определяют у расплавленного и подогретого до 70° парафина.

Колориметр Штаммера позволяет в проходящем свете сравнить цвет испытуемой жидкости с цветом стекла эталона. Если цвет стандартного слоя жидкости полностью совпадает с цветом стекла эталона, то цвет испытуемой жидкости обозначают маркой данного стекла, т. е. марка 1, марка 2 и т. п. Если же интенсивность цвета стандартного слоя жидкости отличается от интенсивности цвета стекла и не может быть охарактеризована ни одной из марок прибора, то, постепенно уменьшая толщину слоя жидкости, достигают совпадения интенсивности цвета жидкости с цветом эталона, измеряют толщину слоя жидкости и по специальным таблицам находят цифровое выражение цвета стандартного слоя жидкости в целых и десятых долях марки.

Определение водорастворимых кислот. 5 г расплавленного парафина взбалтывают 1 мин. с 25 мл горячей дистиллированной воды с температурой около 80° и фильтруют через фильтр, промытый дистиллированной горячей водой. Фильтрат не должен давать реакцию с раствором азотобариевой соли на серную кислоту и с раствором азотносеребряной соли на хлористоводородную кислоту.

Определение свободных щелочей. 1 г парафина нагревают на водяной бане с 3 мл нейтрального 96%-ного спирта в присутствии одной капли 1%-ного раствора фенолфталеина, при этом смесь должна оставаться бесцветной; от прибавления к смеси одной капли 0,1N раствора едкого натра жидкость должна окрашиваться в красный цвет.

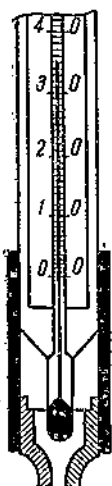
Определение механических примесей. В сухой цилиндр емкостью в 100 мл с притертой пробкой вливают 50 мл бензола или бензина с температурой кипе-

ния не выше 70°, вносят 10 г изрезанного парафина и нагревают на водяной бане при 60° до растворения парафина. Цилиндр закрывают пробкой, содержащее взбалтывают и ставят в стакан с водой, нагретой до 60°. После 15 мин. стояния из раствора не должно выделяться заметной на глаз мути, осаждающегося на дно цилиндра осадка или выделившейся воды. Допускается лишь легкая опалесценция раствора.

V. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ВАЗЕЛИНА

Контроль цвета производят сравнением со стандартными эталонами.

Контроль температуры каплепадения. Для определения температуры каплепадения применяют прибор Уббеллоде (рис. 39). Он состоит из термометра 1, на нижнюю часть которого наглухо надета металлическая гильза 2, снабженная внутри штифтом 3. В гильзу может быть вставлена стеклянная чашка 4 с отверстием 5 в 3 мм. В чашку 4 вмазывают испытуемый продукт так, чтобы в нем совершенно не оказалось воздушных пузырьков; выступающий излишек вазелина срезают ножом. После этого чашку вставляют в гильзу 2 до штифта 3, благодаря чему термометр вдвигается в середину чашки и выдавливает избыток вазелина из отверстия 5. Этот излишек осторожно срезают ножом. Приготовленный так прибор помещают в пробирку диаметром около 1 см и длиной в 15—20 см и погружают пробирку в стакан с водой или светлым минеральным маслом. Постепенно нагревают стакан, наблюдая два момента: температуру каплеобразования, т. е. появления из отверстия 5 расплавленной капли, и момент падения образовавшейся капли на дно пробирки—температуру каплепадения.



Испытание на присутствие минеральных кислот и щелочей. Некоторое количество расплавленного вазелина взбалтывают в делительной воронке в течение 5 мин. с равным объемом горячей дистиллированной воды, дают отстояться и нижний слой фильтруют через бумажный фильтр. К порции фильтрата прибавляют одну каплю раствора метилоранжа; в случае наличия кислоты раствор приобретает розовую окраску, при отсутствии ее—остается оранжевым. В случае наличия щелочи раствор приобретает желтую окраску.

Контроль зольности. 50 г вазелина помещают в фарфоровый тигель емкостью около 100 мл, предварительно прокаленный до постоянного веса, охлажденный и точно взвешенный, и подвергают медленному выпариванию на голом огне. Если пары вазелина воспламеняются, то их гасят, быстро покрывая тигель фарфоровой крышкой. Остаток подвергают прокаливанию на сильном огне. Когда весь уголь сгорит, тигель ставят в эксикатор и по охлаждению взвешивают. Привес тигля, умноженный на 2, дает весовое процентное содержание золы в вазелине.

Контроль содержания органических кислот в светлых вазелинах. 10 г вазелина растворяют при нагревании в колбе Эрленмейера в 50 мл спирто-бензольной смеси¹ и титруют в присутствии фенолфталеина 0,1N спиртовым раствором едкого кали до появления розового окрашивания. Расчет кислотности производят в миллиграммах едкого кали, необходимого для нейтрализации 1 г испытуемого вазелина.

Пример расчета.

1 мл 0,1N раствора едкого кали содержит последнего 5,6 мг; поэтому если при титровании 10 г вазелина пошло 0,5 мл 0,1N раствора едкого кали, то кислотность данного вазелина равна:

$$\frac{0,5 \cdot 5,6}{10} = 0,28 \text{ мг КОН.}$$

¹ Спирто-бензольная смесь состоит из 1 объема 95%-ного этилового спирта и 4 объемов бензола. Смесь перед употреблением должна быть нейтрализована прибавлением по каплям децинормального спиртового раствора едкого кали в присутствии фенолфталеина.

Рис. 39. Прибор Уббеллоде для определения температуры каплепадения

Контроль содержания органических кислот в темных вазелинах. В градуированном цилиндре (емкостью в 100 мл с притертой пробкой) взбалтывают при нагревании в течение 5 мин. 20 мл расплавленного вазелина и 40 мл абсолютного спирта¹. Дают вазелину отстояться и, отсосав пипеткой 20 мл спиртовой вытяжки, титруют ее 0,1N спиртовым раствором едкого кали в присутствии фенолфталеина; так как при однократном взбалтывании не все кислоты переходят из вазелина в спиртовой раствор, то повторяют эту операцию еще 2—3 раза, беря каждый раз свежий спирт и присоединяя результаты повторных определений к результату первого титрования. Можно, не прибегая к повторным обработкам масла спиртом, пользоваться поправками Гольде, которые прибавляют к найденной кислотности после первой обработки масла спиртом.

Контроль содержания воды производят методом Дина и Старка. 50 г испытуемого вазелина помещают в медную или стеклянную короткогорлую колбу, бросают туда же несколько кусочков немзы, заливают в колбу из пипетки 100 мл бензина II сорта уд. веса 0,735—0,755, от которого отогнаны в ректификационной колонке Гадаскина все части, кипящие до 95°, и колбу плотно присоединяют на корковой пробке к отводной трубке приемника. К приемнику сверху присоединяют на корковой пробке холодильник (рис. 40).

Колбу нагревают, регулируя скорость перегонки таким образом, чтобы из косо срезанного холодильника падало 2—4 капли в секунду.

В случае, если в трубке холодильника под конец операции задерживаются капли воды, эту воду переводят в нижнюю часть приемника непродолжительным более сильным кипячением или с помощью длинной медной палочки диаметром в 3—4 мм, на конец которой надет кусок резиновой трубки.

Перегонку прекращают, когда объем воды в приемнике перестанет увеличиваться. Отсчет объема производят после того, как приемник и собравшаяся в нем жидкость примут комнатную температуру.

Найденный объем воды, помноженный на 2, дает процент влаги в вазелине.

Испытание на присутствие механических примесей. 100 г вазелина растворяют в тяжелом бензине и фильтруют через высушенный при 105°, охлажденный в эксикаторе и взвешенный бумажный фильтр. Фильтр с задержанным в нем остатком промывают горячим бензолом до тех пор, пока бензол не будет стекать бесцветным, после чего фильтр с осадком высушивают при 105° до постоянного веса. Разница между последним весом и весом фильтра показывает весовое содержание механических примесей.

VI. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ МАГНЕЗИИ ЖЖЕНОЙ

1. Определение нерастворимого остатка. Навеску в 7,5 г помещают в стакан емкостью в 300—400 мл, закрывают часовым стеклом со смоченной водой внутренней поверхностью, прибавляют 50 мл воды и затем небольшими порциями соляную кислоту (1:1) до растворения навески. Раствор нагревают до кипения и кипятят 5—10 мин., фильтруют и промывают осадок до исчезновения реакции на хлор. Фильтр с осадком сушат, прокалывают и взвешивают.

Содержание нерастворимого остатка (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{a \cdot 100}{b},$$

где a — вес нерастворимого остатка,
 b — навеска.

Определение полуторных окислов ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$). К фильтрату после определения нерастворимого остатка прибавляют 0,5 мл азотной кислоты пл. 1,2 (не содержащей Fe), 10 г сухого NH_4Cl (также не содержащего Fe), нагревают

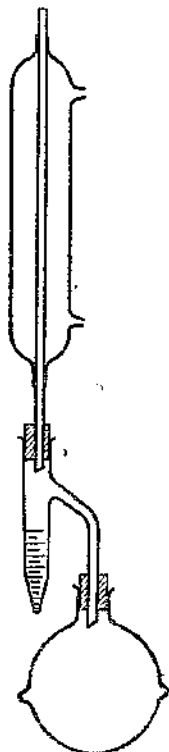


Рис. 40. Прибор Дина и Старка

¹ Спирт предварительно нейтрализуют так же, как спирто-бензольную смесь.

до кипения и кипятят 2—3 мин. По охлаждении раствор переводят в мерную колбу на 500 мл, добавляя водой до метки и хорошо перемешивают. 200 мл полученного раствора переводят в стакан емкостью в 400 мл и нагревают до 70°, после чего приливают аммиак до слабо щелочной реакции на лакмус. Осадку с раствором дают постоять на водяной бане в течение 15—20 мин., фильтруют и осадок промывают горячим 2%-ным раствором NH_4NO_3 , к которому прибавлено 1—2 капли аммиака (1—2 капли на 300 мл 2%-ного NH_4NO_3) до исчезновения реакции на хлор. Фильтрат сохраняют для последующих определений, а осадок сушат, сжигают и прокалывают на небольшом пламени горелки до постоянного веса.

Содержание полуторных окислов (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{c \cdot 500 \cdot 100}{b \cdot 200} = \frac{c \cdot 250}{b},$$

где c — вес полуторных окислов,

b — навеска гипосульфита.

3. Определение железа Fe_2O_3 . 25 мл раствора, приготовленного по п. 2, переводят в мерную колбу на 500 мл и дополняют водой до метки. Из колбы пипеткой берут 10 мл раствора и переносят в мерный цилиндр с притертой пробкой на 100 мл, прибавляют туда же 10 мл 10%-ного раствора роданистого аммония, 10 мл изоамилового спирта, 0,5 мл азотной кислоты пл. 1,2 (не содержащей железа) и 0,5 мл 20%-ной серной кислоты (также не содержащей железа) и хорошо взбалтывают. В другой такой же цилиндр берут 10 мл воды, те же количества роданистого аммония, серной и азотной кислоты и спирта и из бюретки прибавляют типовой раствор железа (содержащий 0,00001 г Fe_2O_3 в 1 мл) до уравнения окраски слоев в обоих цилиндрах.

Сравнение окраски производится каждый раз после взбалтывания содержимого обоих цилиндров. Равенство объемов в цилиндрах поддерживают прибавлением воды. В случае слишком интенсивной окраски спиртового слоя анализируемый раствор разбавляют сильнее.

Содержание Fe_2O_3 (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{a \cdot 0,00001 \cdot 500 \cdot 500 \cdot 100}{b \cdot 25 \cdot 10} = \frac{a}{b},$$

где a — число миллилитров типового раствора железа, пошедших на уравнение окраски,

b — навеска (п. 1).

Примечания. 1. Для приготовления типового раствора железа растворяют 0,604 г химически чистых железосаммонийных квасцов в воде, подкисленной 4 мл серной кислоты (пл. 1,84), и доводят водой до 1 л. 10 мл этого раствора переводят в колбу на 100 мл и доводят водой до метки. 1 мл последнего (разбавленного) раствора содержит 0,00001 г Fe_2O_3 . Разбавленный раствор годен в течение 1—2 дней после его приготовления.

2. При отсутствии изоамилового спирта можно пользоваться эфиром; при этом не взбалтывают, а осторожно перемешивают раствор переворачиванием цилиндра несколько раз.

4. Определение связанной серной кислоты SO_3 . Фильтрат, полученный после осаждения полуторных окислов, переводят в мерную колбу на 500 мл, доводят водой до метки и, закрыв пробкой, хорошо перемешивают. Отбирают 200 мл (2 раза пипеткой на 100 мл) полученного раствора в стакан емкостью в 400 мл, нейтрализуют кислотой и добавляют еще 1 мл соляной кислоты пл. 1,19. Раствор нагревают до кипения и осаждают SO_3 кипящим 10%-ным раствором (10 мл) хлористого бария. Раствору с осадком дают постоять на водяной бане в течение 2 час. и затем оставляют на ночь. На другой день осадок отфильтровывают через бариевый фильтр и промывают горячей водой до исчезновения реакции на хлор. Фильтр с осадком сушат, сжигают и прокалывают в платиновом тигле до постоянного веса.

Содержание (в процентах) связанной серной кислоты в пересчете на SO_3 вычисляют по формуле:

$$\frac{d \cdot 0,343 \cdot 500 \cdot 100}{b \cdot 200} = \frac{d \cdot 0,343 \cdot 250}{b}$$

где d — вес BaSO_4 ,

b — навеска (п. 1),

0,343 — фактор пересчета BaSO_4 на SO_3 .

5. Определение окиси кальция CaO . 100 мл раствора, приготовленного по п. 4, переносят в стакан емкостью в 700 мл, разбавляют водой до 500 мл, нейтрализуют соляной кислотой, нагревают до кипения, после чего приливают еще 2 мл соляной кислоты пл. 1,19, 10 мл горячей 10%-ной щавелевой кислоты, 3—4 капли метилоранжа и медленно по каплям (2—3 капли в минуту) 10%-ный раствор аммиака до появления слабожелтой окраски (избыток аммиака вредит, остывший раствор должен быть слаборозовым), после чего приливают 20 мл горячего 1%-ного раствора щавелевокислого аммония.

Раствору с осадком щавелевокислого кальция дают постоять 3—4 часа (но не более), затем осадок отфильтровывают через плотный фильтр и промывают горячим 0,5%-ным раствором щавелевокислого аммония. Фильтрат сохраняют для определения магния. Осадок смывают с фильтра в стакан, в котором велось осаждение, небольшим количеством воды, прибавляют 10 мл 10%-ной соляной кислоты, нагревают до полного растворения осадка, разбавляют водой до 100 мл, прибавляют 10 мл 10%-ного раствора хлористого аммония и осаждают вторично кальций, как было описано выше; но вместо 10 мл 10%-ной щавелевой кислоты берут 2 мл и вместо 20 мл 1%-ного щавелевокислого аммония — 10 мл. Через 3—4 часа осадок отфильтровывают, промывают 0,5%-ным горячим раствором щавелевокислого аммония до исчезновения реакции на хлор. Фильтрат присоединяют к фильтрату после первого осаждения. Осадок слегка подсушивают и сжигают в открытом тигле (лучше платиновом) сначала на малом пламени, а затем после обугливания фильтра прокалывают на полном пламени горелки (закрыв тигель крышкой) до постоянного веса.

Содержание окиси кальция (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{e \cdot 500 \cdot 500 \cdot 100}{b \cdot 200 \cdot 100} = \frac{e \cdot 1250}{b}$$

где e — вес окиси кальция,

b — навеска (п. 1).

6. Определение окиси магния MgO . Соединенные фильтраты (п. 5) переводят в мерную колбу на 1 л, доводят водой до метки и, закрыв пробкой, хорошо перемешивают. 100 мл этого раствора переводят пипеткой в стакан емкостью в 400 мл и разбавляют водой до 250 мл. Прибавив соляной кислоты до ясно кислой реакции, приливают 10 мл фосфорнокислого натрия или фосфорнокислого аммония и нагревают до кипения. Затем при постоянном помешивании прибавляют 10%-ный раствор аммиака в количестве $\frac{1}{2}$ объема всей жидкости. Раствор с осадком подвергают перемешиванию механической мешалкой в течение $\frac{1}{2}$ часа, затем фильтруют и промывают 2,5%-ным раствором аммиака. В случае отсутствия мешалки раствору с осадком дают постоять 2—3 часа. Осадок на фильтре сушат, затем осторожно снимают с фильтра на глянцевую бумагу, а фильтр сжигают в платиновой спиральи над тиглем, золу осторожно стряхивают в тигель, в который переносят и весь остальной осадок. Тигель не совсем плотно прикрывают крышкой и нагревают сначала на небольшом пламени горелки, которое постепенно увеличивают, и, наконец, прокалывают на полном пламени горелки. Если осадок получается серый, прибавляют несколько капель крепкой азотной кислоты и снова прокалывают, предварительно осторожно удалив азотную кислоту.

Содержание окиси магния (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{f \cdot 0,3621 \cdot 500 \cdot 500 \cdot 1000 \cdot 100}{b \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100} = \frac{f \cdot 0,3621 \cdot 1250}{b}$$

где f — вес $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$,

b — навеска (п. 1),

0,3621 — фактор для пересчета $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ на MgO .

7. **Определение хлора Cl .** Навеску в 25 г помещают в стакан и, прикрыв его часовым стеклом, прибавляют осторожно разбавленную (1:1) азотную кислоту до растворения осадка, после чего прибавляют последней еще 2—3 мл. Затем раствор переносят в колбу на 200 мл, прибавляют небольшой избыток 0,1N раствора AgNO_3 и, закрыв колбу, взбалтывают жидкость до тех пор, пока осадок не соберется в комки и раствор не станет прозрачным. Тогда колбу наполняют водой до метки, хорошо взбалтывают и фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан. Первые 10 мл отбрасывают, потом отбирают пипеткой 100 мл фильтрата, прибавляют 1—2 мл раствора железозамонийных квасцов и оттитровывают избыток азотнокислого серебра 0,1N раствором NH_4CNS .

Содержание хлора (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{0,003546(a - 2c) \cdot 100}{b},$$

где a — число миллилитров 0,1N раствора AgNO_3 ,
 c — число миллилитров 0,1N раствора NH_4CNS , пошедших на обратное титрование 100 мл фильтрата,
 b — навеска (п. 7).

8. **Определение влаги.** Навеску около 2 г помещают в стаканчик для взвешивания с притертой крышечкой и сушат в сушильном шкафу при 100° до постоянного веса.

Содержание влаги (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{a \cdot 100}{b},$$

где a — потеря в весе при просушивании,
 b — навеска.

9. **Потери при прокаливании.** Навеску от 0,5 до 1 г прокалывают в платиновом тигле до постоянного веса.

Потери при прокаливании (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{a \cdot 100}{b},$$

где a — потери при прокаливании,
 b — навеска.

10. **Определение тонины помола.** Навеску в 5 г (на технических весах с точностью до 0,01 г) просеивают через сито в 1600 отверстий на 1 см^2 (100 меш), раздавливая комочки на сите с помощью мягкой кисточки. Если при этом не вся магнезия проходит через сито, полученный остаток выражают в процентах от взятой навески и вычисляют по формуле:

$$\frac{a \cdot 100}{A},$$

где a — вес остатка на сите,
 A — навеска.

11. **Объем, занимаемый 1 г магнeзии в 25 мл толуола.** Определение производится в мерном цилиндре на 25 мл с притертой пробкой; каждое деление шкалы равно 0,2 мл. В цилиндр наливают 25 мл чистого толуола и отбирают досуха горлышко фильтровальной бумагой. Затем отвешивают на гладкой бумаге 1 г магнeзии (с точностью до 0,01 г) и постепенно, в течение 4—5 мин., переносят в цилиндр, дают постоять 5 мин., после чего отсчитывают объем, занимаемый магнeзией (с точностью до 0,1 мл). Если поверхность насыпанной в цилиндр магнeзии не горизонтальна, тогда осторожным поворачиванием цилиндра вокруг оси в несколько наклонном положении выравнивают поверхность, после чего производят окончательный отсчет.

При всех операциях необходимо избегать сотрясений цилиндра, так как это влечет за собой заметное уменьшение объема. Для каждой пробы делают два определения.

VII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ БИТУМОВ

Определение пенетрации (консистенции) производят посредством прибора Ричардсона; консистенцию испытуемого продукта характеризуют погружением в него специальной конусной иглы с грузом. Игла (рис. 41) состоит из латунного или стального конуса (диаметр широкой части — 65 мм), с которым свинчивается второй конус, из стали, с острым концом. Расплавленным испытуемым продуктом заполняют металлическую чашечку и затем дают охладиться. После охлаждения чашку с испытуемым продуктом помещают в воду с температурой $+20^{\circ}$ на 15—30 мин. После этого чашку вынимают из воды, вытирают фильтровальной бумагой и помещают на подставку *Е* прибора под конусную иглу (рис. 42) так, чтобы острие последней коснулось поверхности испытуемого продукта. Перемещая кремальеру до верхней части стержня, на которой укреплен игла, отмечают положение стрелки на циферблате прибора. Затем нажатием специальной кнопки заставляют иглу погружаться в испытуемый продукт и одновременно пускают в ход секундомер; через 5 сек. кнопку отпускают и, подняв кремальеру до верхней части стержня, снова отмечают положение стрелки. Разность между показателями стрелки в первом и втором случае характеризует пенетрацию в десятых долях миллиметра. Для большей точности берут среднее из пяти определений.

Температуру размягчения определяют на приборе Кремер-Сарнова (рис. 43). Прибор состоит из стеклянных трубок и термометра, укрепленных посредством крышки в стакане. На нижнем конце каждой трубки может быть укреплен при помощи куса резиновой трубки небольшой обрезок стеклянной трубки. Стакан с трубками помещают в дру-

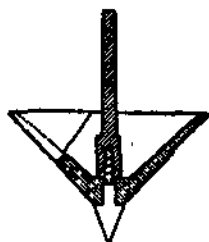


Рис. 41. Игла пенетрометра

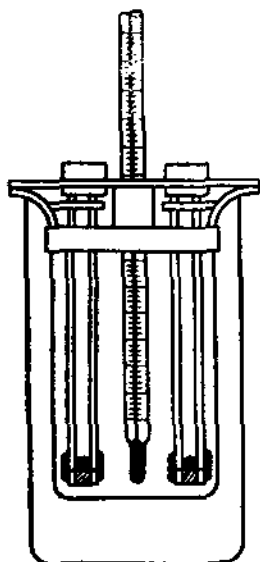


Рис. 43. Прибор Кремер-Сарнова

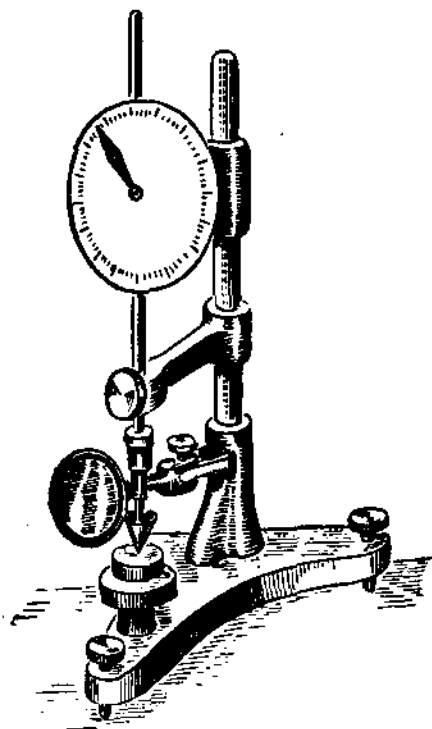


Рис. 42. Пенетрометр

гой стакан большего размера. Пространство между стаканами заполняют глицерином или светлым нефтяным маслом.

Отрезки стеклянных трубочек ставят на натертую тальком стеклянную пластинку и заливают расплавленным битумом так, чтобы сверху оставался бугорок. После охлаждения битума образовавшиеся бугорки срезают горячим ножом и заполненные отрезки трубок насаживают на длинные трубочки прибора. Сверху испытуемого битума в трубки заливают по 5 г ртути. Трубки вставляют в крышку и затем укрепляют в стакане, причем нижний край трубочек должен отстоять от дна внутреннего стакана на расстоянии 1 см. Термометр вставляют в крышку так, чтобы шарик его был на одном уровне с отрезками трубочек, заполненных битумом. Прибор медленно подогревают грелкой, следя за тем, чтобы температура, показываемая термометром, поднималась со скоростью 2° в минуту. Температура, при которой находящаяся над битумом ртуть упадет на дно стакана, называется температурой размягчения битума. За температуру размягчения исследуемого образца принимают среднее из четырех показаний, если расхождения между ними не больше 3°.

VIII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ КАНИФОЛИ

Качественно канифоль определяют реакцией Штрох-Меровского. 1 г испытуемого вещества встряхивают в пробирке с 5 мл уксусного ангидрида. Содержимому пробирки дают отстояться, осторожно сливают уксусный ангидрид и прибавляют к нему каплю серной кислоты уд. веса 1,84. В присутствии канифоли в месте соприкосновения серной кислоты с уксусным ангидридом, а при встряхивании — во всей жидкости, появляется фиолетовое, быстро исчезающее окрашивание.

Стандартность канифоли определяют следующими методами.

Цвет определяется сравнением стандартных образцов: канифольной шкалы с такого же размера (кубик с ребром в 22 мм) образцом испытуемой канифоли. Способ изготовления кубиков таков. На стеклянную пластинку, посыпанную тальком, ставят склеенную из плотной бумаги (ватмана) форму кубика без дна и крышку высотой в 22 мм, куда заливают с избытком предварительно расплавленную канифоль. По остывании канифоли верхний мениск кубика, выступающий из края формы, срезают нагретым ножом, после чего приступают к определению цвета образца канифоли.

Прозрачность определяется на глаз на тех же образцах, которые служили и для определения цвета.

Содержание влаги определяется по методу Дина и Старка (описание прибора и методика измерения даны в разделе V «Методы испытания вазелинов»). Для испытания в колбу прибора загружают 50 г измельченной канифоли и заливают 100 мл бензина.

Содержание золы. Навеску канифоли в 2—3 г отвешивают в фарфоровом тигле и постепенно озоляют в муфельной печи. После полного озоления и доведения повторными накаливаниями до постоянного веса остаток в тигле взвешивают и выражают в процентах к первоначальной навеске.

Содержание посторонних примесей. 10 г измельченной канифоли, отвешенные с точностью до 0,01 г, и 50 см³ винного 95—96%-ного спирта кипятят в течение полчаса с обратным холодильником. Остывший раствор фильтруют через тигель Гуча, оставшиеся твердые вещества смывают из колбы в тигель, промывают на фильтре 10 см³ спирта, после чего сушат тигель в шкафу при 100—105° С. Привес в тигле, умноженный на 10, дает процентное содержание примесей в канифоли.

Температуру размягчения определяют по методу Кремер-Сарнова (описание прибора и методику измерения см. в разделе «Методы испытания битумов»).

Кислотное число. 2 г предварительно измельченной канифоли растворяют при кипячении с обратным холодильником в 50 см³ нейтрального винного 95—96%-ного спирта и после полного растворения канифоли, по охлаждении раствора, последний титруют 0,5 N раствором спиртового КОН в присутствии фенолфталеина до исчезающего розового окрашивания.

Количество миллиграммов КОН, затраченное на нейтрализацию 1 г канифоли, выражает кислотное число.

Формула для вычисления кислотного числа:

$$K = \frac{T \cdot B \cdot 1000}{A}$$

где T — титр КОН,

B — количество кубических сантиметров КОН,

A — навеска канифоли.

Содержание неомыляемых. 10 г канифоли кипятят с 25 см³ винного 95–96%-ного спирта, в котором растворено 3 г КОН. Затем вводят 20 см³ воды и кипятят еще раз. Остывший раствор переносят в делительную воронку, колбу ополаскивают 20 см³ 50%-ного спирта и затем таким же количеством петролейного эфира с пределами кипения от 40 до 70°, который присоединяют к раствору в воронке, куда наливают еще 50 см³ петролейного эфира. После основательного взбалтывания смеси дают отстояться, спиртовой раствор мыла отделяют, а вытяжку петролейного эфира промывают дважды 50%-ным спиртом по 20 см³. По отделении в делительной воронке петролейную вытяжку сливают в сухую колбу. Мыльный раствор удерживает еще часть неомыляемых: их извлекают, встряхивая 2–3 раза с петролейным эфиром по 50 см³. Окончательно все соединенные вытяжки петролейного эфира промывают 2–3-кратным встряхиванием с 50 см³ 50%-ного спирта. Эфирные вытяжки помещают в сухую тарированную колбу, эфир удаляют испарением на водяной бане через холодильник и, после того как в приемник не переходит больше капелек петролейного эфира, колбочку ставят на 15 мин. в сушильный шкаф при 105° С. Привес колбы дает содержание неомыляемых.

Количество летучих. 50 г измельченной канифоли помещают в литровую колбу, вливают 400–500 г горячей воды, причем тотчас же к колбе присоединяют с одной стороны парообразователь, с другой — холодильник, соединенный аллонжем с приемником-бюреткой на 50 см³ с отводной каучуковой трубкой, надеваемой на нижний конец бюретки (после крана), загнутый вверх в виде гуська, конец которого опущен в мерный цилиндр на 200 см³, причем перед началом гонки бюретка и каучуковая трубка заполняются до одного уровня водой (кран бюретки должен быть открыт). Дистиллят, переходящий через гусек в приемный цилиндр, отбирается в количестве 200 см³, после чего перегонку прекращают и отмеривают количество летучих, плавающих на поверхности воды в бюретке в виде большего или меньшего слоя масла.

IX. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ФОТОБУМАГИ

Для испытания фотобумаги в СССР принят следующий стандартный метод.

Источник света. Лампа котельного типа в 25 ватт, 12 вольт с длиной нити в 5 мм и питанием от аккумуляторной батареи. Режим горения лампы подбирается с таким расчетом, чтобы обеспечить цветовую температуру в 2360° К. Освещенность в плоскости светочувствительного слоя — 30 люкс. Время экспозиции — 20 сек.

Модулятор экспозиции. Нейтрально-серый клин с увеличением плотности на 0,4 на каждый сантиметр длины клина.

Проявление. Проявление проб производится следующим стандартным проявителем:

Метол	1 г
Гидрохинона	5 "
Сульфита кристаллического	50 "
Соды кристаллической	54 "
или	
Поташа	27 "
Бромистого калия	1 "
Воды до	1000 см ³
Температура проявителя	20° С
Время проявления	2 мин.
В 100 см ³ проявителя проявляется не более 5 проб 13×18 см.	

Определение гаммы, вуали, максимальной плотности и градации (т. е. интервала раздельно передаваемых яркостей) производится по характеристической кривой, построенной на дензографе Гольберга.

Х. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ КОЛЛОДИЯ

1. Взбалтывают испытуемый коллодий (подпированный) с поташем, при этом не должно наступать немедленного желтого окрашивания.

2. Небольшую порцию подпированного коллодия сохраняют в темноте в течение 4—5 дней. Не должно получиться красновато-желтого окрашивания.

3. При выпаривании подпированного коллодия на водяной бане (при 80° С) помещенная в коллодий иодокрахмальная бумажка, предварительно смоченная глицерином, не должна окрашиваться в течение 14—15 мин. В противном случае коллодий непременно будет давать вуаль.

4. Определение вязкости коллодия. Проще всего вязкость определить путем наблюдения за временем истечения коллодия из липетки с тонкооттянутым концом. Скорость истечения по сравнению с водой должна равняться 1,2—1,3. В противном случае необходимо в коллодий добавить коллоксилина или развести смесью спирта и эфира.

XI. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ СПИРТА

Спирт, применяемый для коллодионного процесса, должен удовлетворять следующим требованиям.

1. 50—60 см³ спирта при медленном испарении не должны давать никакого остатка.

2. Проба на свишные масла. При смешивании 10 см³ спирта с 30 см³ воды не должны появляться помутнение, окрашивание или посторонний запах. 10 см³ спирта в 0,2 мл 15%-ного раствора едкого кали при нейтрализации разведенной серной кислотой не должны давать запаха свишных масел.

3. Проба на альдегиды. При нагревании на водяной бане в течение 10 мин. при температуре 70—80° С 10 см³ спирта с 5 каплями 10%-ного раствора азотнокислого серебра не должно появляться помутнение или окрашивание.

4. Проба на металлы и смолы. Не должно появляться помутнения или окрашивания при прибавлении к 10 см³ спирта 1 см³ 25%-ного аммиака и 5 см³ сероводородной воды.

5. Проба на фурфурол. 10 см³ спирта при прибавлении 10 капель аммиака и 2 капель соляной кислоты не должны давать розового окрашивания.

6. Проба на содержание воды. Если спирт содержит не более 8% воды, то при смешивании его с бензолом не должно получаться мутн.

7. Проба на лакмус должна давать нейтральную реакцию.

8. Проба на восстанавливающие вещества. Смесью спирта с аммиачным раствором азотнокислого серебра не должна давать бурого или окрашенного осадка.

ХII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ЭФИРА СЕРНОГО

1. Удельный вес эфира должен заключаться в пределах 0,720—0,725; более тяжелый удельный вес указывает на примесь воды или спирта.

2. Наличие спирта доказывается окрашиванием раствора метилвиолетом (в эфире краска нерастворима, и раствор остается при взбалтывании неокрашенным).

3. Проба на присутствие перекиси водорода. В эфире может образовываться некоторое количество перекиси водорода, вызывающей вуаль на пластинках. 50 см³ испытуемого эфира смешивают с 50 см³ спирта, в котором растворены 2—3 кристалла подистого калия. По прошествии нескольких дней жидкость не должна окрашиваться в красный или коричневый цвет.

4. Проба на альдегиды. Реактив на альдегид (220 см³ раствора сернистой кислоты и 30 см³ раствора 1:1000 фуксина) не должен давать красного окрашивания.

Эфир, содержащий альдегид, очищается обработкой его раствором марган-

цевокислого калия (взбалтывание, отстаивание в течение 24 час., обезвоживание и перегонка).

5. **Проба на кислоты.** Выпаривание в небольшой фарфоровой чашечке — остаток не должен давать на лакмус кислую реакцию.

ХИМ. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ГИДРОХИНОНА

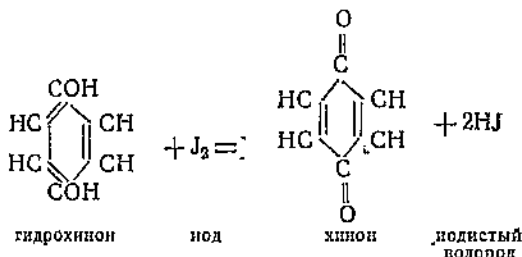
Характерные (цветные) реакции¹. Раствор гидрохинона при прибавлении к нему азотной кислоты окрашивается в темнокрасный цвет, переходящий затем в желтый. При прибавлении железосинеродистого калия с последующим добавлением раствора соды получается золотисто-желтое окрашивание, переходящее в коричневое.

При прибавлении к раствору гидрохинона по каплям раствора хлорного железа выпадает желтый осадок; в случае очень крепких растворов осадок имеет зеленый цвет, и при этом раствор окрашивается в коричневый цвет.

При прибавлении к раствору гидрохинона с сульфитом и углекислой щелочью по каплям раствора 150 г молибденовокислого аммония в 1000 мл воды и 1000 мл азотной кислоты, уд. веса 1,2 на холоду, происходит желтое окрашивание, переходящее после кипячения в синее.

Водный раствор гидрохинона при прибавлении к нему фосфорномолибденовой кислоты окрашивается в синий цвет, сохраняющийся при добавлении аммиака; при добавлении же аммиачного раствора железосинеродистого калия получается желто-бурый цвет.

Иодометрическое определение гидрохинона основано на реакции окисления гидрохинона иодом в хинон. Реакция идет по схеме:



Титрование гидрохинона иодом производят в среде уксуснокислого натрия и уксусной кислоты (в буферном растворе), что необходимо для более полного окисления гидрохинона. При титровании к раствору гидрохинона с буферной смесью добавляют избыток иода, непрореагировавшее количество которого затем обратно оттитровывают гипосульфитом.

Для определения гидрохинона готовят 0,05-молярный раствор испытуемого препарата (5,5 г в 1 л) в мерной колбе на 100 мл и в нее добавляют 4 мл 4N раствора уксусной кислоты, после чего количество раствора доводят до метки. Берут пипеткой 25 мл приготовленного раствора и переносят в колбу Эрленмейера с притертой пробкой, в которую затем добавляют 20 мл 2N раствора уксуснокислого натрия и 40 мл 0,1N раствора иода; оставляют стоять 5 мин. и разбавляют водой, после чего непрореагировавшее количество иода оттитровывают 0,1N раствором гипосульфита. Разница между взятым количеством иода и пошедшим на обратное титрование гипосульфитом соответствует количеству иода, пошедшего на титрование гидрохинона.

1 мл 0,1N раствора гипосульфита соответствует 0,0055025 г гидрохинона.

Определение минерального остатка (зола). Навеску препарата в 1—2 г осторожно сжигают и затем прокаливают до постоянного веса в предварительно взвешенном фарфоровом тигле.

Определение влаги. Навеску препарата в 2—3 г высушивают до постоянного веса в сушильном шкафу на часовом стекле или в бюксе при температуре 50—60° (при более высоких температурах гидрохинон может возгоняться).

¹ Н. И. Кириллов, Химические вещества для обработки фотослоев, «Искусство», 1937.

Определение температуры плавления. Высушенный препарат гидрохинона (после определения в нем влаги) помещают в капилляр. Капилляр прикрепляют резиновым колечком к термометру так, чтобы запаянный конец его находился на уровне шарика термометра, и затем опускают в пробирку — пустую или с налитой в нее чистой концентрированной серной кислотой (уд. вес 1,84).

Пробирку укрепляют в стаканчике или колбочке с налитой в нее чистой концентрированной серной кислотой (уд. вес 1,84), после чего начинают осторожно нагревать колбу на асбестовой сетке. Замечают температуру, при которой кристаллы гидрохинона в капилляре начинают плавиться. В случае потемнения серной кислоты для осветления можно прибавлять немного нитрата натрия или калия.

XIV. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ МЕТОЛА

Характерные реакции. Метод дает несколько характерных реакций, из которых Н. И. Кириллов указывает следующие.

При смешении раствора метола с раствором азотнокислого серебра образуется белый кристаллический осадок, окрашивающийся при восстановлении в серый цвет. При смешении же подкисленного соляной кислотой раствора с хлористым барием образуется белый, не растворимый в воде осадок сернокислого бария.

При прибавлении к раствору метола, подкисленному соляной кислотой, раствора нитрата натрия и смешении затем с раствором α -нафтола в едком натре происходит медленное окрашивание вначале в синий, а затем в фиолетовый цвет.

При добавлении к водному раствору метола раствора хлорного железа (сильно разбавленного) происходит медленное окрашивание в синие-фиолетовый цвет.

Если прибавить к раствору 0,05 г метола в 5 мл серной кислоты одну каплю азотной кислоты, то происходит окрашивание в желто-зеленый цвет.

Растворив 2 г метола в 50 мл воды, раствор подкисляют серной кислотой, добавляют при хорошем перемешивании перекись свинца и после охлаждения полученную смесь избалтывают с эфиром; при этом образовавшийся хинон переходит в эфирный слой; после отгонки эфира остаются кристаллы хинона с температурой плавления 114—116°.

При прибавлении по каплям к водному раствору метола с сульфитом и углекислой щелочью раствора 150 г молибденовокислого аммония в 1000 мл воды и 1000 мл азотной кислоты (уд. вес 1,2) происходит окрашивание раствора в зеленовато-желтый цвет на холоду и в сине-зеленый после кипячения.

При прибавлении к 1%-ному раствору метола нескольких капель раствора хлорного железа раствор окрашивается в светлорозовато-коричневый цвет; при прибавлении нескольких капель раствора бихромата — в красновато-коричневый цвет.

Железистосинеродистым калием раствор метола окрашивается в желтый цвет.

Получаемые цвета и оттенки при описанных выше цветных реакциях зависят от концентрации препарата и реактивов. Поэтому во избежание недоразумений можно рекомендовать для сравнения проводить параллельно реакции с известным, вполне доброкачественным препаратом, применяя одни и те же концентрации.

Определения метилпарааминофенолсульфата (метола) и парааминофенолсульфата основаны на их реакции с азотистой кислотой, при которой образуются нитрозосоединения у первого и диазосоединения — у второго. При этом испытуемые препараты предварительно разделяются один от другого при помощи концентрированной соляной кислоты (уд. вес 1,19), в которой метилпарааминофенолсульфат хорошо растворяется, а парааминофенолсульфат — нерастворим.

Определение метилпарааминофенолсульфата в присутствии парааминофенолсульфата. К навеске в 2—3 г испытуемого препарата прибавляют 6—9 мл соляной кислоты уд. веса 1,19; нерастворившуюся часть (парааминофенолсульфат) отфильтровывают на шоттовском стеклянном фильтре и промывают 2—3 раза возможно малым количеством соляной кислоты уд. веса 1,19 (всего около 10 мл). Фильтрат служит для определения метилпарааминофенолсульфата, а осадок — для определения парааминофенолсульфата.

Фильтрат разбавляют водой и при сильном охлаждении льдом в него по-

немногу приливают из бюретки 1*N* раствор нитрита натрия (можно пользоваться также и 0,1*N* раствором нитрита натрия) до тех пор, пока после продолжительного перемешивания (не менее 10 мин.) капля раствора не вызовет на подокрахмальной бумажке образования синего пятна. Титрование считают законченным, если по прошествии 5 мин. повторная проба на подокрахмальной бумажке снова дает синее пятно. Реакция титрования сопровождается выделением кристаллического осадка нитрозосоединения метилпарааминофенолсульфата в виде желтоватых спутанных игл.

1 мл 1*N* раствора нитрита натрия соответствует 0,08608 г метилпарааминофенолсульфата.

Определение парааминофенолсульфата. Осадок на шоттовском стеклянном фильтре растворяют в 20—30 мл 10%-ной соляной кислоты и смывают водой в колбу Эрленмейера, причем фильтр хорошо промывают водой. После этого раствор хорошо охлаждают водой и в него понемногу из бюретки прибавляют 1*N* раствор нитрита натрия; условия титрования те же, какие были указаны при описании определения метилпарааминофенолсульфата. С нитритом натрия в кислой среде парааминофенолсульфат образует диазосоединение. При титровании не должно выделяться кристаллического осадка нитрозосоединения метилпарааминофенола, наличие которого показывает на нетщательное предварительное разделение метилпарааминофенолсульфата от парааминофенолсульфата.

1 мл 1*N* раствора нитрита натрия соответствует 0,07905 г парааминофенолсульфата.

Определение содержания золы и влаги — см. «Методы контроля золы и влаги гидрохинона».

XV. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ПАРААМИНОФЕНОЛА

Характерные реакции. При прибавлении к 1%-ному раствору парааминофенола нескольких капель раствора бихромата калия или натрия происходит окрашивание раствора в синевато-пурпурный цвет.

При прибавлении к водному раствору парааминофенола с сульфатом и углекислой щелочью по каплям 6—7%-ного подкисленного азотной кислотой раствора молибденовокислого аммония¹ появляется окрашивание: желтовато-коричневое на холоду и черно-зеленое при кипячении.

При прибавлении к раствору парааминофенола углекислой или едкой щелочи, а также сульфита, выпадает хлопьевидный осадок основания парааминофенола, растворяющийся в избытке щелочи.

Определение содержания парааминофенолсульфата. Навеску около 1 г испытуемого препарата растворяют в колбе Эрленмейера в 50 мл 10%-ной соляной кислоты; в полученный раствор при сильном охлаждении льдом постепенно из бюретки приливают при энергичном взбалтывании 1*N* раствор (или 0,1*N* раствор) нитрита натрия до тех пор, пока после продолжительного перемешивания жидкости (не менее 10 мин.) капля ее, перенесенная на подокрахмальную бумажку, не вызовет появления синего пятна. Титрование считают законченным, если по истечении 5 мин. повторная проба на подокрахмальной бумажке снова дает синее пятно.

1 мл 1*N* раствора нитрита натрия соответствует 0,07905 г парааминофенолсульфата или 0,072785 г парааминофенолхлоргидрата.

Определение золы и влаги — см. «Методы испытания гидрохинона».

XVI. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ГЛИЦИНА

Определение содержания параоксифенилглицина по азоту. Навеску в 1—1,5 г глицина помещают в колбу Кьельдаля на 300 мл вместе с 1 г сульфата меди, 0,7—0,8 г окиси или сульфата ртути, 10 г безводного сульфата натрия или калия и 20 мл серной кислоты уд. веса 1,84. Колбу укрепляют в наклонном положении на асбестовой пластинке с отверстием посредине такой величины, чтобы пламя горелки обогревало только нижнюю часть колбы, не затрагивая стенок колбы выше жидкости. Колбу прикрывают воронкой и нагревают

¹ 150 г молибденовокислого аммония, 1000 мл воды и 1000 мл азотной кислоты уд. веса 1,2.

сначала на маленьком пламени, пока не закончится энергичная фаза реакции и смесь не начнет кипеть равномерно. Кипение поддерживают до исчезновения бурого цвета жидкости, после чего нагревают еще полчаса, пока жидкость не сделается светозеленой.

По охлаждении прибавляют 100 мл воды, ополаскивают ею воронку, затем содержимое переливают в колбу для отгонки емкостью в 750 мл, тщательно обмывают колбу Кьельдаля и доводят объем жидкости до 350 мл. Затем бросают в колбу несколько кусочков пемзы, закрывают пробкой с двумя отверстиями; в одно из них вставлена воронка с краном, в другое — отводная трубка с каплеуловителем, изогнутая за ним сперва под тупым, а затем под прямым углом; отводная трубка присоединена к трубке с шарообразным расширением, нижний конец которой погружен в приемник, содержащий 25—30 мл 1N раствора серной кислоты с несколькими каплями метилоранжа. Через воронку с краном вливают 80—90 мл раствора едкого натра и 200 мл 20%-ного раствора сернистого натрия или гипосульфита натрия. Затем закрывают кран, перемешивают жидкость в колбе и отгоняют аммиак, для чего следует перегнать около 100 мл жидкости. По окончании отгонки открывают кран воронки, отнимают горелку, отделяют нижнюю часть отводной трубки, ополаскивают ее снаружи и внутри водой и титруют не вошедшую в реакцию кислоту 1N раствором едкого натра.

Одновременно производят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же количествами реактивов.

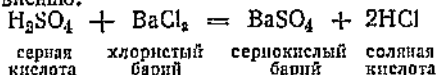
1 мл 1N раствора серной кислоты соответствует 0,14 г азота. Коэффициент пересчета азота на параоксифенилглицин равен 11,9257.

Определение парааминофенола. Навеску около 1 г препарата взбалтывают в маленьком стаканчике с 2—3 мл соляной кислоты уд. веса 1,19; при этом должен получиться прозрачный раствор. Нерастворившийся остаток парааминофенола отфильтровывают через предварительно взвешенный стеклянный фильтр Шотта или тигель Гуча, смывая оставшиеся в стаканчике частички небольшим количеством соляной кислоты уд. веса 1,19, и отсасывают; остаток высушивают при 100—105° и взвешивают.

Определение золы и влаги — см. «Методы испытания гипосульфита».

XVII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ

Характерные реакции. При приливании раствора хлористого бария к водному раствору серной кислоты выпадает белый осадок сернокислого бария. Реакция идет по уравнению:



Сернокислый барий нерастворим в воде и кислотах.

Крепкая серная кислота обугливает органические вещества, поэтому щепка или лучина, опущенная в стаканчик с пробой кислоты, обугливаясь, быстро чернеет.

При приливании крепкой серной кислоты в стакан с холодной водой происходит сильное разогревание смеси.

Присутствие примесей в серной кислоте можно определить следующими простыми реакциями.

К разведенной серной кислоте прибавляют несколько капель раствора марганцевокислого калия; если жидкость точас же обесцвечивается, то это указывает на присутствие сернистой H_2SO_3 и азотной HNO_3 кислот.

Появление белой мути при прибавлении нескольких капель раствора азотнокислого серебра указывает на присутствие соляной кислоты.

Ниже мы приводим стандартные методы испытания серной кислоты (технической и аккумуляторной).

1. Определение содержания моногидрата H_2SO_4 . Навеску кислоты около 12 г для купоросного масла и аккумуляторной кислоты или 15 г для камерной и башенной кислоты осторожно переводят в мерную колбу на 250 мл, содержащую около 150 мл воды. Раствор охлаждают до 20° С, разбавляют водой до метки и хорошо перемешивают.

Пипеткой отбирают 50 мл в эрленмейеровскую колбу на 200 мл, прибавляют 2—3 капли метилоранжа и титруют 1N раствором едкой щелочи; 1 мл 1N раствора едкой щелочи соответствует 0,04909 г H_2SO_4 .

2. Определение содержания свободного SO_2 в масле. Стеклообразную ампулку с длинным капиллярным концом точно взвешивают, затем нагревают широкую часть ампулки на маленьком пламени и конец опускают в масло. Набрав таким образом не более 2 г масла, кончик ампулки вытирают, запаривают и ампулку с маслом взвешивают.

Взвешенную ампулку помещают в банку емкостью около 400 мл, в которой налита 100—150 мл воды, и стеклянной палочкой раздавливают ампулку, тщательно раздробляют все кусочки капилляров, прибавляют 2—3 капли метилоранжа и титруют 1N раствором едкой щелочи.

1 мл 1N раствора едкой щелочи соответствует 0,04003 г SO_2 (результат дает общее содержание SO_2).

Содержание свободного SO_2 (в процентах) находят по табл. 56.

Таблица 56

Общее содержание SO_2	Свободный SO_2	Общее содержание SO_2	Свободный SO_2	Общее содержание SO_2	Свободный SO_2
83,5	10,2	84,5	15,6	85,5	21,0
83,6	10,7	84,6	16,2	85,6	21,6
83,7	11,3	84,7	16,7	85,7	22,2
83,8	11,8	84,8	17,2	85,8	22,7
83,9	12,3	84,9	17,6	85,9	22,6
84,0	12,9	85,0	18,3	86,0	23,8
84,1	13,4	85,1	18,9	86,1	24,3
84,2	14,0	85,2	19,4	86,2	24,9
84,3	14,5	85,3	20,0	86,3	25,4
84,4	15,1	85,4	20,5	—	—

3. Определение содержания железа Fe 25 мл раствора, приготовленного для определения моногидрата, переводят в мерную колбу на 250 мл, разбавляют водой до метки и перемешивают.

К 25 мл полученного раствора прибавляют 0,5 мл химически чистого HNO_3 (уд. вес 1,2), кипятят, охлаждают и переносят в цилиндр с притертой пробкой на 50 мл, прибавляют 5 мл 15%-ного роданистого аммония, 10 мл изоамилового спирта и хорошо перемешивают.

В другой такой же цилиндр берут 25 мл воды, 0,5 мл 25%-ной H_2SO_4 , не содержащей железа, и те же количества азотной кислоты, роданистого аммония, изоамилового спирта и из бюретки прибавляют раствор железоаммонийных квасцов, содержащий 0,01 мг железа в 1 мл, до уравнения окраски слоев спирта в обоих цилиндрах.

Равенство объемов в цилиндрах поддерживается прибавлением воды.

$$\% \text{ Fe} = \frac{a \cdot 250 \cdot 250 \cdot 0,00001 \cdot 100}{25 \cdot 25 \cdot b} = \frac{0,1 a}{b},$$

где a — число миллилитров раствора железоаммонийных квасцов,
 b — навеска кислоты.

Примечания. 1. Для приготовления типового раствора железа растворяют 0,864 г химически чистых железоаммонийных квасцов в колбе на 1 л в воде, подкисленной 4 мл H_2SO_4 уд. веса 1,84, и дополняют водой до метки, 10 мл этого раствора переводят в мерную колбу на 100 мл и дополняют водой до метки; 1 мл последнего разбавленного раствора содержит 0,01 мг железа. Разбавленный раствор годен в течение 1—2 дней после его приготовления.

2. В случае отсутствия изоамилового спирта можно применить серный эфир.

4. **Определение содержания N_2O_5 .** Берут два одинаковых цилиндра на 50 мл с притертыми пробками. В оба цилиндра помещают по 5 г уксуснокислого натрия, 45 мл воды и 1 мл реактива Грисса. В один из них приливают 1 мл исследуемой кислоты, в другой из бюретки прибавляют 1—2 мл типового раствора N_2O_5 , 1 мл которого содержит 0,01 мг N_2O_5 . Растворы в цилиндрах хорошо перемешивают и через 10 мин. сравнивают окраски. Если окраска в цилиндре с исследуемой кислотой слишком интенсивна (интенсивнее окраски, полученной от 2 мл типового раствора), то концентрацию N_2O_5 в исследуемой кислоте следует разбавить в мерной колбе в 10—20 раз серной кислотой уд. веса 1,84, не содержащей азотистого ангидрида, и по разбавлении вновь берут 1 мл для сравнения окрасок.

$$\% \text{N}_2\text{O}_5 = \frac{a \cdot 0,00001 \cdot 100}{d} = \frac{0,001 a}{d},$$

где a — число миллилитров типового раствора,

d — удельный вес кислоты, определяемый ареометром.

В случае разбавления числитель формулы умножают на число разбавления.

Необходимые растворы. *Типовой раствор N_2O_5 .* 0,0932 г химически чистого NaNO_3 растворяют в воде в мерной колбе на 500 мл. 10 мл этого раствора переводят в мерную колбу на 100 мл, содержащую около 80 мл H_2SO_4 уд. веса 1,84, не содержащей окислов азота, и добавляют до метки этой же кислотой. 1 мл последнего раствора содержит 0,01 мг N_2O_5 .

Реактив Грисса. 0,1 г α -нафтиламина растворяют при нагревании в течение 15 мин. в 100 мл воды и по охлаждению прибавляют 6 мл 80%-ной уксусной кислоты.

1 г сульфаниловой кислоты растворяют в 100 мл воды. Смесь равных объемов этих двух растворов представляет собой реактив Грисса. Смесь пригодна для употребления в течение 1 дня.

5. **Проба на мышьяк.** В пробирку наливают около 10 мл воды, 1 мл исследуемой кислоты и нагревают до 70—80° С, затем в пробирку опускают спираль из алюминиевой проволоки или фольги и закрывают ваткой, предварительно пропитанной раствором уксуснокислого свинца и высушенной. Сверху пробирку покрывают фильтровальной бумажкой, проколотой в нескольких местах булавкой. На бумажку кладут кристаллик азотнокислого серебра; пожелтение кристаллика в течение 5 мин. указывает на присутствие мышьяка.

Примечание. Алюминиевую проволоку следует проверить вышеописанным способом на мышьяк с серной кислотой, не содержащей мышьяка.

6. **Определение цвета (купоросного масла и аккумуляторной кислоты).** Берут две одинаковые пробирки; в одну из них наливают около 20 мл исследуемой кислоты, в другую — около 10 мл воды, 3 мл 1%-ного раствора бесцветного гумпарабика, 2—3 капли аммиака, 3 мл 2%-ного бесцветного раствора сернистого натрия, 4 мл для купоросного масла и 2 мл для аккумуляторной кислоты типового раствора свинца и перемешивают. Окраска исследуемой кислоты не должна быть темнее указанной смеси.

Примечания. 1. Для приготовления типа свинца растворяют 0,157 г уксуснокислого свинца $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ в воде в литровой колбе.

2. В случае отсутствия гумпарабика эталонный раствор можно готовить и без него, но в таком случае он менее стоек и с ним можно сравнивать только в течение 1 часа.

7. **Проба на хлор.** 10 мл аккумуляторной кислоты разбавляют водой до 100 мл и прибавляют 1 мл 0,1N раствора азотнокислого серебра. Полученный раствор не должен давать опалесценции в течение 2 мин.

Если раствор до прибавления AgNO_3 мутнеет (осадок PbSO_4), его следует профильтровать через фильтр, предварительно промытый горячей дистиллированной водой, до исчезновения реакции на хлор.

8. **Проба на сернистый ангидрид.** 10 мл аккумуляторной кислоты разбавляют до 100 мл водой, охлаждают, прибавляют 1 мл раствора крахмала и 0,15—0,2 мл 0,1N раствора йода. Должно быть ясное синее окрашивание.

9. **Реакция на металлы, осаждаемые сероводородом и сернистым аммонием, кроме Pb, Al и Fe.** 25 мл кислоты упаривают в платиновой (или фарфоровой) чашке до 1—1,5 мл, затем прибавляют 20 мл воды, нагревают 15 мин. на водя-

ной бане, охлаждают, приливают 20 мл спирта и оставляют стоять 2—3 часа, после чего отфильтровывают выпавший $PbSO_4$, к фильтрату прибавляют несколько капель HNO_3 , кипятят и осаждают аммиаком полуторные окислы. Фильтрат после полуторных окислов не должен давать осадка и потемнения с сероводородной водой или 2%-ым раствором Na_2S .

XVIII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ

Характерные реакции. К раствору дифениламина¹ в пробирке осторожно по стенкам приливают азотную кислоту так, чтобы жидкость не смешивалась. На месте соприкосновения жидкостей через несколько минут появляется синее (василькового цвета) окрашивание.

Раствор индиги в серной кислоте быстро обесцвечивается азотной кислотой (как и другими окислителями).

При нагревании разбавленной азотной кислоты с медными опилками и с крепкой серной кислотой выделяются красно-бурые пары двуокиси азота.

Примеси, содержащиеся в азотной кислоте, можно выявить следующими реакциями.

Чистая азотная кислота должна выпариваться на часовом стеклышке без остатка. В случае содержания хлористых соединений азотнокислосое серебро дает белый осадок хлористого серебра.

Наличие сернокислых солей показывает белый осадок, выпадающий от прибавления азотнокислого бария. Появление синего осадка от прибавления желтой кровяной соли говорит о загрязнении кислоты соединениями железа.

Приводим ниже стандартные методы испытания технических сортов азотной кислоты.

1. Определение содержания слабой азотной кислоты HNO_3 . Отвешивают 5 г кислоты в маленьком стаканчике с притертой пробкой, переносят стаканчик (открыв его) в стакан с дистиллированной водой, взбалтыванием смешивают кислоту с водой, прибавляют избыток (50 мл) 1N раствора едкой щелочи, несколько капель метилоранжа и оттитровывают избыток щелочи 1N раствором серной или соляной кислоты; определение производят не менее 2 раз (расхождения не должны превышать 0,1 мл) и берут среднее из них.

1 мл 1N раствора едкой щелочи соответствует 0,06302 г HNO_3 .

2. Определение твердого остатка. В стаканчике с притертой пробкой отвешивают (на технических весах с точностью до 0,1 г) 50—100 г испытуемой кислоты, переводят ее в небольшую, точно взвешенную платиновую или фарфоровую чашечку и выпаривают на водяной бане.

Во избежание попадания пыли и сора извне над чашечкой помещают большую стеклянную воронку.

По испарении кислоты остаток слабо прокалывают (для разложения азотнокислых солей) и по охлаждению взвешивают. Прокалывание повторяют до постоянного веса.

3. Определение содержания крепкой азотной кислоты HNO_3 . Стекланную ампулку с длинным капиллярным концом точно взвешивают, затем нагревают на маленьком пламени и опускают конец в кислоту. Набрав таким образом не более 2—3 г кислоты, кончик ампулки запаивают и ампулку с кислотой взвешивают. Взвешенную ампулку помещают в склянку с притертой пробкой емкостью около 400 мл, в которую налито 100—150 мл дистиллированной воды, и стекланной палочкой раздавливают ампулку. Тщательно раздробляют все кусочки капилляра и перемешивают. После этого прибавляют избыток 1N раствора едкой щелочи, несколько капель метилоранжа и оттитровывают избыток щелочи 1N серной или соляной кислотой. Определение делают не менее 2 раз (расхождения не должны превышать 0,1 мл) и берут среднее из них.

1 мл 1N раствора едкой щелочи соответствует 0,06302 г HNO_3 .

Примечания. 1. Вместо ампулки можно пользоваться также пипеткой Люнге-Рей.

2. Ввиду возможного попадания в крепкую азотную кислоту некоторого количества серной кислоты и увеличения таким образом процента HNO_3 при

¹ Раствор состоит из 0,5 г дифениламина, 100 мл концентрированной серной кислоты и 20 мл воды.

определения по вышеприведенному методу необходимо произвести качественную пробу на серную кислоту и в случае ее обнаружения также и количественное определение.

Количественное определение H_2SO_4 . 5 мл испытуемой кислоты разбавляют до 200 мл, нагревают до кипения и прибавляют 2—3 мл 5%-ного раствора BaCl_2 .

Помутнение раствора указывает на присутствие серной кислоты.

Количественное определение H_2SO_4 . Навеску около 20 г испытуемой азотной кислоты выпаривают на водяной бане до прекращения выделения паров азотной кислоты.

Остаток растворяют в 100 мл дистиллированной воды, прибавляют 0,25 мл соляной кислоты уд. веса 1,19, нагревают до кипения и осаждают небольшим избытком 5%-ного раствора BaCl_2 . Оставляют стоять на водяной бане 3—4 часа, после чего осадок отфильтровывают через плотный фильтр, промывают водой до удаления следов хлора, высушивают, прокалывают и взвешивают.

Из найденного по предыдущему процента содержания HNO_3 вычитают

$$\frac{\text{Вес BaSO}_4 \cdot 0,54 \cdot 100}{b}$$

где 0,54 — множитель для перевода веса BaSO_4 на эквивалентный вес HNO_3 ,
b — навеска азотной кислоты.

4. Определение двуокиси азота N_2O_4 . Навеску в 20 г испытуемой кислоты вливают в предварительно подогретый до 40°C раствор, составленный из 20 мл 0,1N раствора перманганата и 100 мл воды. По охлаждению до комнатной температуры прибавляют 1 г иодистого калия и оттитровывают выделившийся иод 0,1N раствором гипосульфита. Разность между числом миллилитров KMnO_4 и $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ отвечает содержанию Na_2O_4 .

1 мл 0,1N раствора KMnO_4 соответствует 0,00462 г Na_2O_4 .

5. Определение твердого остатка — см. «Методы контроля слабой кислоты»

ХИМ. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ

Определить соляную кислоту можно следующими простыми характерными реакциями. Если стеклянную палочку смочить аммиаком и поднести к раскрытой склянке с дымящей соляной кислотой, то появятся белые пары хлористого аммония.

От прибавления к соляной кислоте раствора азотнокислого серебра (ляписа) выпадает творожистый осадок хлористого серебра AgCl , не растворимый в кислотах, но легко растворимый в аммиаке и гипосульфите.

Присутствие примесей узнают по следующим простым реакциям.

Присутствие серной кислоты и ее солей узнают по белому осадку, появляющемуся от прибавления к испытуемому препарату водного раствора хлористого бария.

При пропускании сероводорода через предварительно разведенную соляную кислоту не должно образовываться коричневой или желтой мути. Коричневая муть показывает присутствие свинца или меди, а желтая — мышьяка.

Приводим стандартные методы испытания технической соляной кислоты.

1. Определение HCl . Около 25 г соляной кислоты отвешивают в бюксе, переводят в мерную колбу на 250 мл и разбавляют до метки. Тщательно размешав раствор, отбирают пипеткой 50 мл его в колбу Эрленмейера и титруют 1N раствором NaOH в присутствии индикатора метилоранжа.

1 мл 1N раствора NaOH соответствует 0,03647 г HCl .

Из полученного титрованием процентного содержания HCl вычитают процентное содержание SO_3 (определенное по п. 2), пересчитанное на HCl .

1% SO_3 соответствует 0,9% HCl .

2. Определение SO_3 . 50 мл раствора (п. 1) пипеткой переводят в стакан емкостью в 400 мл, разбавляют водой до 100 мл, осторожно нейтрализуют содой, не содержащей серной кислоты, прибавляют соляной кислоты (также не содержащей серной кислоты) уд. веса 1,19 из расчета 1 мл на 300 мл раствора и, доведя раствор до кипения, осаждают 10 мл кипящего 5%-ного раствора хлористого бария, который приливают сразу в один прием. Стакану с охлажден-

ным BaSO_4 дают постоять на водяной бане не более 2 час., фильтруют через плотный фильтр, промывают горячей водой до исчезновения реакции на хлор, сжигают осадок (можно влажный) и прокалывают в платиновом тигле до постоянного веса.

При отсутствии платинового тигля можно пользоваться и фарфоровым, но при этом осадок должен быть предварительно высушен в сушильном шкафу.

Коэффициент пересчета BaSO_4 на SO_3 — 0,343.

3. Определение Fe 50 мл раствора (п. 1) помещают в стакан емкостью в 250 мл, прибавляют 1 мл HNO_3 уд. веса 1,2 (не содержащей Fe), нагревают до кипения и кипятят 2—3 мин.

По остывании раствор переводят в мерную колбу на 500 мл, разбавляют водой до метки и хорошо перемешивают; 10 мл полученного раствора помещают в цилиндре на 50 мл с притертой пробкой. Туда же помещают 10 мл 10%-ной NH_4CNS , 0,5 мл HNO_3 уд. веса 1,2 (не содержащей Fe), 0,5 мл 20%-ной H_2SO_4 (также не содержащей Fe), 10 мл изоамилового спирта и хорошо взбалтывают.

На другой цилиндр такого же диаметра прибавляют то же количество азотной и серной кислот, роданистого аммония, изоамилового спирта и из бюретки типового раствора железа, содержащего в 1 мл 0,00001 г Fe, до уравнивания окраски слоев спирта в обоих цилиндрах. Сравнение окрасок производится каждый раз после взбалтывания содержимого обоих цилиндров. Равенство объемов в цилиндрах поддерживается прибавлением воды. В случае слишком интенсивной окраски спиртового слоя анализируемый раствор разбавляют сильнее. Содержание Fe (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{0,00001 \cdot a \cdot 250 \cdot 400 \cdot 100}{10 \cdot 50 \cdot m} = \frac{0,25a}{m},$$

где a — число миллилитров типового раствора железа,
 m — навеска.

Примечания. 1. При отсутствии изоамилового спирта можно пользоваться эфиром, при этом не взбалтывают, а осторожно перемешивают жидкости перевертыванием несколько раз цилиндра.

2. Для приготовления типового раствора железа растворяют 0,863 г химически чистых железозамонийных квасцов в воде, к которой прибавлено 4 мл серной кислоты уд. веса 1,84, и доводят водой до 1 л (растворение ведут в мерной колбе). 10 мл полученного раствора переводят в мерную колбу на 100 мл и доводят водой до метки. 1 мл приготовленного таким образом раствора содержит 0,00001 г Fe.

Разбавленный раствор годен только в течение 1—2 дней после его приготовления.

XX. МЕТОД ИСПЫТАНИЯ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ

Характерная реакция. Если фосфорную кислоту нейтрализовать щелочью и прибавить азотнокислое серебро, то выпадает желтый осадок фосфорнокислого серебра.

Присутствие примесей можно установить на основании следующих испытаний.

1. Смешивают 2 мл испытуемого препарата с таким же количеством крепкой серной кислоты. При осторожном приливании 1 мл раствора железного купороса в случае отсутствия азотной кислоты не должно образоваться окрашенной зоны.

2. Через испытуемую фосфорную кислоту пропускают сероводород, затем прибавляют аммиак до щелочной реакции и приливают щавелевокислый и сернистый аммоний. В случае отсутствия металлов в испытуемой кислоте не должно произойти никакого изменения.

3. В случае отсутствия водородных и фосфористой кислот разбавленная водой фосфорная кислота не должна изменяться от прибавления раствора AgNO_3 даже при нагревании.

Приводим ниже стандартные методы испытания фосфорной кислоты.

1. Определение плотности кислоты. Для обоих сортов («А» и «Б») производится ареометром или ликнеметром при 20/4° С.

2. Определение содержания ортофосфорной кислоты. Для сорта «А». Производится по цитратному методу Бетхера-Вигнера следующим образом. Пробу

взбалтывают, отбирают пипеткой 10 мл фосфорной кислоты в стаканчик с притертой крышечкой и взвешивают. Навеску переносят в мерную колбу на 500 мл, доводят дистиллированной водой до метки, хорошо перемешивают и фильтруют через сухой, плотный фильтр в сухой стакан. Фильтрат служит для определения ортофосфорной кислоты и суммы пиро- и метафосфорных кислот. Для определения ортофосфорной кислоты из фильтрата отбирают пипеткой 5 мл кислоты в стакан на 200 мл, затем прибавляют 15 мл раствора лимоннокислого аммония (реактив № 2), нейтрализуют аммиаком, предварительно прибавив 2—3 капли фенолфталеина. Затем медленно приливают по капле 30 мл магnezальной смеси (реактив № 1) и через несколько минут 25 мл 25%-ного аммиака (пл. 0,91).

Раствор оставляют на 12—16 час или перемешивают непрерывно в течение получаса, затем дают отстояться 2 часа.

Осадок фильтруют через плотный беззольный фильтр и промывают 2,5%-ным аммиаком. Промывных вод должно быть не более 100 мл. Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, вначале осторожно подсушивают, медленно озоляют, затем прокалывают на муфеле до постоянного веса и по охлаждению в эксикаторе взвешивают.

Содержание H_3PO_4 (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{a \cdot 0,8806 \cdot 100 \cdot 100}{n} = \frac{a \cdot 8806}{n},$$

где a — вес $Mg_2P_2O_7$,

n — навеска кислоты.

Реактивы. № 1. *Магnezальная смесь* (щелочная). 55 г хлористого магния $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ и 70 г хлористого аммония растворяют в воде, приливают 250 мл 10%-ного раствора аммиака (пл. 0,96) и доводят объем до 1 л. Полученный раствор хорошо взбалтывают и фильтруют.

№ 2. *Лимоннокислый аммоний*. 500 г кристаллической лимонной кислоты (свободной от серной, щавелевой и винной кислот, извести и тяжелых металлов) растворяют в 25%-ном аммиаке (пл. 0,91) до нейтральной реакции (приблизительно в 600 мл), доводят объем до 1 л и фильтруют.

Для сорта «Б». Точно отвешивают около 1 мл кислоты и разбавляют 25 мл дистиллированной воды. Раствор охлаждают до 15°C и титруют при этой температуре нормальной щелочью, прибавив 3 капли метилоранжа.

1 мл 1N KOH соответствует 0,09806 г H_3PO_4 .

Содержание H_3PO_4 (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{a \cdot 0,09806 \cdot 100}{n},$$

где a — число миллилитров 1N щелочи, пошедших на титрование,

n — навеска кислоты.

3. **Определение содержания взвешенных частиц.** Для сорта «А». Навеску около 10 г кислоты (с точностью до 0,1 г) разбавляют 100 мл дистиллированной воды и фильтруют через высушенный при 105° и доведенный до постоянного веса стеклянный фильтр-тигель. Осадок промывают водой до тех пор, пока фильтрат не будет показывать на лакмус нейтральную реакцию, затем фильтр с осадком высушивают при 105° до постоянного веса.

Содержание взвешенных частиц (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{(b-a) \cdot 100}{n},$$

где b — вес фильтра с осадком,

a — вес фильтра,

n — навеска кислоты.

4. **Определение содержания сульфатов.** Для сортов «А» и «Б». Навеску около 50 г кислоты (с точностью до 0,1 г) переносят в мерную колбу на 500 мл, доводят дистиллированной водой до метки и фильтруют. К 200 мл нагретого до кипения фильтрата прибавляют 10 мл 10%-ного нагретого до кипения раствора хлористого бария и оставляют на ночь.

Раствор фильтруют, осадок промывают, сушат, прокалывают и взвешивают.

Содержание SO_4^{2-} (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{a \cdot 0,4115 \cdot 500 \cdot 100}{200 \cdot n} = \frac{a \cdot 0,4115 \cdot 250}{n},$$

где a — вес BaSO_4 ,

n — навеска кислоты.

Б. Определение пиро- и метафосфорных кислот. Для сорта «А». К 5 мл фильтрата, полученного по п. 2 раздела методов испытаний, прибавляют 15 мл HCl (пл. 1,19) и 30 мл дистиллированной воды, кипятят в течение полчаса и определяют H_3PO_4 по вышеописанному методу Ветхер-Вагнера.

Содержание пиро- и метафосфорных кислот (в процентах) в пересчете на ортокислоту вычисляют по формуле:

$$a - b,$$

где a — содержание H_3PO_4 в процентах, полученное в данном определении,

b — содержание H_3PO_4 в процентах, полученное при определении по п. 2 раздела методов испытаний.

6. Качественная проба на метафосфорную кислоту. Для сорта «Б». Кислоту разбавляют 10-кратным (по объему) количеством воды и прибавляют по каплям 2%-ный раствор альбумина. Мутни не должно быть.

Примечание. Раствор альбумина должен быть прозрачным.

7. Определение содержания хлоридов. Для сортов «А» и «Б». Навеску ровно в 10 г кислоты (с точностью до 0,1 г) переносят в мерную колбу на 500 мл, доводят дистиллированной водой до метки и хорошо перемешивают. Из полученного раствора берут 25 мл, прибавляют 0,5 мл свободной от хлора азотной кислоты пл. 1,15 и 1 мл 0,1N раствора AgNO_3 .

Образующаяся через 20 мин. опалесценция не должна быть больше опалесценции типового раствора, содержащего в том же объеме дистиллированной воды, подкисленной 0,5 мл свободной от хлора азотной кислоты (пл. 1,15), 1 мл 0,1N раствора AgNO_3 и 0,25 мг хлор-иона.

Примечание. Для приготовления типового раствора Cl растворяют 1,509 г высушенного при 100°C химически чистого хлористого аммония в дистиллированной воде и полученный раствор доводят до 1 л — раствор А.

25 мл раствора А доводят водой до 100 мл — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,25 мг хлора.

8. Качественная проба на фтор. 2 мл фосфорной кислоты помещают в маленькую фарфоровую чашечку, прибавляют 3 капли фенолфталеина и, при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой, присыпают небольшими порциями прокаленный порошок окиси кальция (не содержащий фтора) до порозовения (избыток не мешает).

Полученную смесь сушат в термостате 30—35 мин. при температуре $60-70^\circ$. Затем сухой порошок переносят в платиновый тигель диаметром в 2,5—3 см, обливают 5 мл серной кислоты пл. 1,84, покрывают тигель часовым стеклом, на выпуклой части которого предварительно был нанесен тонкий слой воска со сделанной на нем надписью (должна доходить до стекла). На часовое стекло наливают воды и нагревают тигель на водяной бане 15—20 мин. при температуре $60-65^\circ$. В присутствии фтора надпись вытравливается на стекле.

9. Определение содержания тяжелых металлов (кроме железа). Для сорта «А». Навеску ровно в 10 г кислоты (с точностью до 0,01 г) переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят водой до метки. 5 мл полученного раствора разбавляют 30 мл дистиллированной воды, нейтрализуют (пробуя на лакмус) аммиаком пл. 0,96, прибавляют 1 мл уксусной кислоты (1:1), 5 мл сероводородной воды и разбавляют дистиллированной водой до 100 мл.

Коричневая окраска раствора не должна превышать окраску, получающуюся при тех же условиях от 0,15 мг свинца.

Для сорта «Б». Навеску ровно в 15,4 г кислоты (с точностью до 0,1 г) переносят в мерную колбу на 200 мл и доводят дистиллированной водой до метки. 10 мл полученного раствора подкисляют 1 мл разведенной соляной кислоты пл. 1,05, нагревают до 50° , прибавляют 10 мл дистиллированной воды и 20 мл сероводородной соды и оставляют стоять полчаса при температуре не ниже 35° .

Не должно получаться темного осадка или потемнения жидкости.

Примечание. Для приготовления типового раствора Рв растворяют 1,831 г химически чистого уксуснокислого свинца Рв $(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ в 1 л дистиллированной воды, подкисляют 1 мл ледяной кислоты — раствор А.

5 мл раствора А разбавляют водой до 100 мл — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,05 мг свинца.

10. Определение содержания мышьяка. Для сорта «А». Навеску ровно в 7 г кислоты (с точностью до 0,1 г) переносят в мерную колбу на 1 л и доводят дистиллированной водой до метки. К 10 мл полученного раствора прибавляют 40 мл химически чистой, без мышьяка, серной кислоты (1:7), прибавляют воды до 50 мл и полученный раствор вносят в аппарат Зандер-Блека¹, прибавляют 2 капли 10%-ного раствора двухлористого олова и 6 г свободного от мышьяка металлического цинка. Через час-полтора окраска пропитанной сулемой бумажки не должна быть интенсивнее окраски бумажки, получающейся при тех же условиях от 0,007 мг As и 0,07 г 70%-ной фосфорной кислоты, свободной от мышьяка и азотной кислоты.

Для сорта «Б». К навеске ровно в 7 г кислоты (с точностью до 0,1 г) прибавляют 40 мл химически чистой, без мышьяка, серной кислоты (1:7) и определение ведут таким же образом, как и для сорта «А».

Окраска пропитанной сулемой бумажки не должна быть интенсивнее окраски, получающейся при тех же условиях от 0,007 мг As и 7 г 65%-ной фосфорной кислоты, свободной от мышьяка и азотной кислоты.

Примечание. Для приготовления типового раствора As растворяют 0,933 г химически чистого As_2O_3 в необходимом для растворения количестве 10%-ного раствора едкого натра и доводят до 1 л — раствор А.

10 мл раствора А доводят водой до 1 л — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,007 мг As.

11. Определение содержания железа. Для сорта «А». Навеску ровно в 5 г кислоты (с точностью до 0,1 г) переносят в мерную колбу на 1 л и доводят дистиллированной водой до метки. 5 мл раствора нейтрализуют аммиаком пл. 0,96, прибавляют 1 мл аммиака, доводят водой до 40 мл и прибавляют 5 мл свежеприготовленной сероводородной воды. Зеленая окраска раствора не должна быть интенсивнее окраски типового раствора, содержащего в таком же объеме 1 мл аммиака, 5 мл сероводородной воды и 0,0125 мг железа.

Для сорта «Б». Навеску ровно в 12,5 г кислоты (с точностью до 0,1 г) переносят в мерную колбу на 1 л и доводят дистиллированной водой до метки. Из полученного раствора берут 5 мл и определение содержания железа ведут таким же образом, как для сорта «А».

Примечание. Для приготовления типового раствора Fe растворяют 0,864 г химически чистых железосаммонийных квасцов в дистиллированной воде, подкисляют 4 мл химически чистой серной кислоты пл. 1,84 и доводят дистиллированной водой до 1 л — раствор А.

10 мл раствора А разбавляют водой до 100 мл — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг железа. Раствор Б годен только в день его приготовления.

12. Определение содержания нитратов. Для сортов «А» и «Б». 2 мл 25%-ной фосфорной кислоты смешивают в пробирке с 2 мл серной кислоты пл. 1,84. После охлаждения осторожно прибавляют по стенкам пробирки 1 мл раствора химически чистого железного купороса так, чтобы не произошло перемешивания слоев.

После погружения пробирки в холодную воду (10—15°) на границе обоих слоев не должно появляться бурого окрашивания.

Примечания. 1. Приготовление 25%-ного раствора фосфорной кислоты.

Для сорта «А». Навеску ровно в 35,7 г кислоты (с точностью до 0,1 г) переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят дистиллированной водой до метки.

Для сорта «Б». Навеску ровно в 38,5 г кислоты (с точностью до 0,1 г) переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят дистиллированной водой до метки.

¹ Тредвелл, Количественный анализ, т. II, стр. 155, 1927.

2. Приготовление раствора железного купороса (применяют свежеприготовленный раствор химически чистого железного купороса):

1 часть химически чистого железного купороса $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$;

1 часть дистиллированной воды;

1 часть разведенной химически чистой серной кислоты пл. 1,110—1,114.

13. Определение веществ, восстанавливающих KMnO_4 . Для сорта «Б». Навеску ровно в 38,5 г кислоты (с точностью до 0,1 г) переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят дистиллированной водой до метки.

10 мл полученного раствора разбавляют 5 мл дистиллированной воды, прибавляют 1 мл 0,01N раствора KMnO_4 и оставляют стоять 15—20 мин.

Розовая окраска не должна совершенно исчезать.

14. Определение содержания солей щелочных и щелочноземельных металлов. Для сортов «А» и «Б». Точную навеску (около 3 г) кислоты переносят в мерную колбу на 200 мл, прибавляют 100 мл дистиллированной воды, 65 мл раствора уксуснокислого химически чистого свинца (300 г $\text{Pb} \cdot (\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ на 1 л) и доводят дистиллированной водой до метки.

Содержимое колбы взбалтывают, отфильтровывают 100 мл и через полученный фильтр пропускают сероводород для осаждения свинца. Осадок отфильтровывают и промывают 20 мл дистиллированной воды. К фильтрату прибавляют 2 капли химически чистой серной кислоты пл. 1,84, выпаривают в платиновой чашке досуха и остаток слабо прокалывают и взвешивают. Проводят контрольную пробу при тех же условиях с 3 г химически чистой свободной от щелочи фосфорной кислоты.

Содержание сернокислых солей (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{(a-b) \cdot 2 \cdot 100}{n}$$

где a — вес солей, полученный в результате анализа,

b — вес солей контрольного опыта,

n — навеска кислоты.

15. Определение содержания низших окислов фосфора. Для сорта «А». Не определяется.

Для сорта «Б». При нагревании 5 мл 5%-ного раствора фосфорной кислоты с 5 каплями раствора AgNO_3 (1:50) и избытком раствора аммиака не должно появляться бурого или черного окрашивания.

Примечание. Приготовление 5%-ного раствора фосфорной кислоты:

Для сорта «Б». Навеску, равную 7,7 г (с точностью до 0,1 г), переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят дистиллированной водой до метки.

XXI. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ БОРНОЙ КИСЛОТЫ

Характерные реакции. 1) Спиртовой раствор борной кислоты горит зеленым пламенем (несветящееся пламя газовой горелки окрашивается борной кислотой в характерный зеленый цвет). 2) К двум порциям по 10 мл водного раствора борной кислоты прибавляют по 1 капле метилоранжа; к одной из этих порций прибавляют 1 каплю 1N раствора HCl , к другой — 1 каплю 1N раствора NaOH — в обоих случаях должна наблюдаться перемена окраски.

Присутствие примесей. 1) Наличие солей соляной кислоты узнают по опалесценции, наступающей немедленно после прибавления к подкисленному азотной кислотой насыщенному раствору борной кислоты раствора азотнокислого серебра (20 мл H_3BO_3 , 2 мл HNO_3 уд. веса 1,15 и 2 мл 0,1N AgNO_3). 2) Наличие солей серной кислоты узнают по появлению муты или осадка в течение 5 мин. после прибавления к подкисленному соляной кислотой раствору хлористого бария (20 мл H_3BO_3 , 2 мл HCl уд. веса 1,12 и 1 мл 0,1N BaCl_2).

Приводим стандартные методы испытания технической борной кислоты.

1. Определение влаги. 2 г растертой в ступке борной кислоты в стаканчике (с притертой пробкой для взвешивания) сушат в течение суток в эксикаторе над серной кислотой.

2. Определение нерастворимого остатка. Навеску борной кислоты около 20 г растворяют в достаточном количестве горячей воды, нерастворимое переводят на беззольный фильтр и тщательно промывают горячей водой, собирая

фильтрат и промывные воды в мерную колбу на 1 л. Промытый и высушенный фильтр с осадком сжигают в фарфоровом тигле, прокалывают и взвешивают.

Фильтрат, находящийся в мерной колбе, по охлаждении дополняют водой до метки, хорошо перемешивают и оставляют для определения борной кислоты.

3. Определение борной кислоты. Отмеривают выверенной пипеткой 50 см³ раствора, приготовленного при определении по п. 2, прибавляют к ним 3 капли фенолфталеина, около 50 см³ глицерина и титруют 0,5N раствором NaOH до появления розового окрашивания. Затем прибавляют еще 10 см³ глицерина (обыкновенно при этом происходит обесцвечивание раствора) и титруют далее 0,5N раствором NaOH опять до розовой окраски. После этого продолжают прибавление глицерина и титрование щелочью до тех пор, пока новое прибавление 10 см³ глицерина не будет вызывать исчезновения красной окраски.

Глицерин необходимо применять предварительно нейтрализованный щелочью с индикатором фенолфталеином.

1 см³ 0,5N раствора NaOH соответствует 0,031 г H₃BO₃.

4. Реакция на тяжелые металлы и железо. 10 см³ 2%-ного раствора борной кислоты доводят аммиаком до щелочной реакции, после чего прибавляют 1,2 см³ сероводородной воды; при этом допускается слабое побурение раствора.

XXII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ УКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

Характерная реакция. При нагревании уксусной кислоты со спиртом в присутствии серной кислоты выделяется ароматный уксусный эфир.

Приводим стандартные методы испытания технической уксусной кислоты.

1. Внешний вид. Испытуемую кислоту перемешивают, отбирают 10 мл в пробирку 150 × 20 мм и сравнивают с равным объемом дистиллированной воды в такой же пробирке. Обе жидкости при рассматривании по диаметру пробирки в проходящем свете должны быть одинаково прозрачны и не содержать взвешенных частиц.

2. Определение уксусной кислоты. В стаканчике с притертой пробкой отвешивают около 10 г кислоты (точная навеска), переносят в мерную колбу и разбавляют до 100 мл водой. 20 мл раствора титруют 1N раствором едкого натра с фенолфталеином до появления слабозеленой окраски.

1 мл 1N раствора NaOH соответствует 0,06003 г уксусной кислоты.

При расчете получается условное содержание уксусной кислоты. Для определения истинного содержания уксусной кислоты необходимо учесть расход едкого натра на титрование муравьиной кислоты. Полученное количество муравьиной кислоты в процентах помножается на 1,30 и произведение вычитается из условного содержания уксусной кислоты.

3. Определение ацетальдегида C₂H₃CHO. 50 мл испытуемой кислоты нейтрализуют при сильном охлаждении 300 мл 3N раствора соды (Na₂CO₃), после чего из раствора отгоняют 20 мл жидкости. Остаток в перегонной колбе употребляют для определения муравьиной кислоты.

К 2 мл отогнанной жидкости в случае 1 сорта или 2 мл разбавленного в 25 раз отгона при II сорте прибавляют 2 мл ректификованного спирта и 1 мл фуксинсернистой кислоты (реактив Молера).

Получающаяся через 30 мин. окраска не должна быть интенсивней окраски типового раствора, содержащего в том же объеме 1 мл реактива Молера, 2 мл 0,01%-ного типового альдегидного раствора и 2 мл 50%-ного спирта.

Примечания. 1. Для приготовления необходимых типовых растворов альдегида исходный 1%-ный альдегидный раствор готовят следующим образом. Из стеклянной капиллярной трубочки выдувают шарик (ампулку) емкостью около 2 мл, взвешивают его, затем наполняют свежеперегнанным альдегидом (фракция 20,8—21° С), запаивают и опять взвешивают. Полученную в весе разницу делят на 0,7830 (удельный вес альдегида при 15° С) и получают объем навески, выраженный в миллилитрах. Ампулку вносят в толстостенную склянку с притертой пробкой, содержащую такое количество 50%-ного спирта, чтобы получился 1%-ный раствор, закрывают склянку пробкой и сильно встряхивают, чтобы разбить ампулку. Из полученного таким образом 1%-ного раствора альдегида готовят путем соответствующего разведения 50%-ным спиртом требуемые типовые растворы. Эти типовые растворы хранятся в оранжевых склянках и по возможности в холодном месте.

2. Приготовление реактива Молера. В склянку емкостью около 1,5 л с хорошо притертой пробкой вливают 150 мл свежеприготовленного раствора фуксина (1 часть фуксина на 1000 частей воды). Туда же вливают 100 мл также свежеприготовленного раствора кислого сернисто-кислого натрия (пл. 1,3082 при 15° С). Последний готовится пропусканием сернистого газа SO_2 в водный раствор кислого углекислого натрия NaHCO_3 .

Смесь хорошо взбалтывают, затем прибавляют 100 мл дистиллированной воды и, наконец, 15 мл чистой серной кислоты (пл. 1,84), хорошо все взбалтывают и оставляют на 10—12 час., пока реактив не сделается совершенно бесцветным.

4. Определение муравьиной кислоты НСООН . Остаток в колбе после отгонки альдегида (п. 3) переносят в мерную колбу и раствор доводят до 500 мл. К 100 мл раствора прибавляют пипеткой 50 мл 0,1N раствора перманганата и нагревают на кипящей водяной бане 15 мин. По охлаждению вносят 2 г иоди-стого калия и 50 мл серной кислоты (1:10). Через 10 мин. титруют выделив-шийся иод 0,1N раствором гипосульфита.

Параллельно ставится глухой опыт с водой в тех же условиях.

Процентное содержание муравьиной кислоты вычисляется по формуле:

$$\text{Процент НСООН} = \frac{(a-b) \cdot 0,002301 \cdot 5 \cdot 0 \cdot 100}{100 \cdot 50},$$

где a — число миллилитров 0,1N раствора гипосульфита, израсходованных на титрование 50 мл 0,1N раствора KMnO_4 в глухом опыте,

b — число миллилитров 0,1N раствора гипосульфита, израсходованных на титрование при испытании уксусной кислоты,

0,002301 — количество муравьиной кислоты в граммах, соответствующее 1 мл 0,1N раствора KMnO_4 .

5. Определение серной кислоты SO_4^{2-} . К 50 мл кислоты прибавляют 0,01 г химически чистого углекислого натрия и выпаривают в платиновой чашке на водяной бане досуха. Остаток растворяют в 5—7 мл воды, фильтруют и до-водят объем до 10 мл, прибавляют 1 мл соляной кислоты (1:20) и 1 мл рас-твора хлористого бария (10%).

Образующаяся через 10 мин. муть не должна быть больше мути типового раствора, содержащего в том же объеме 0,01 г химически чистого углекислого натрия, 1 мл соляной кислоты (1:20), 1 мл раствора хлористого бария (10%) и для кислоты I сорта 0,25 мг SO_4^{2-} и II сорта — 0,50 мг SO_4^{2-} .

Примечание. Для приготовления типового раствора SO_4^{2-} растворяют в воде 0,739 г высушенного при 100° С химически чистого серно-кислого натрия и раствор доводят до 1 л — раствор А.

20 мл раствора А доводят до 100 мл — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,1 мг SO_4^{2-} .

6. Определение хлоридов Cl^- . 10 мл кислоты смешивают с 30 мл воды, при-бавляют 3 мл азотной кислоты (пл. 1,15) и 1 мл 0,1N раствора азотно-кислого серебра. Образующаяся через 10 мин. опалесценция не должна быть больше опалесценции типового раствора, содержащего в том же объеме те же коли-чества HNO_3 , AgNO_3 и для кислоты I сорта 0,04 мг Cl^- и II сорта — 0,10 мг Cl^- .

Примечание. Для приготовления типового раствора Cl^- растворяют в воде 0,824 г слегка прокаленного химически чистого NaCl и объем доводят водой до 1 л — раствор А.

20 мл раствора А доводят водой до 1 л — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг Cl^- .

7. Определение тяжелых металлов (группы H_2S). 10 мл испытуемой кислоты выпаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют в 5 каплях ледяной уксусной кислоты и раствор смывают 10 мл воды в колбочку; прибавляют 10 мл свежеприготовленной сероводородной воды. Получающаяся через 10 мин. темная окраска не должна быть интенсивней окраски типового раствора, содержащего в том же объеме 5 капель ледяной уксусной кислоты, 10 мл сероводородной воды и для кислоты I сорта 0,05 мг Pb и II сорта — 0,10 мг Pb .

Примечания. 1. Для приготовления типового раствора Pb растворяют 1,831 г свежеперекристаллизованного химически чистого уксуснокислого свинца $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ в воде, подкисленной 1 мл ледяной уксусной кислоты, и раствор доводят водой до 1 л — раствор А.

10 мл раствора А разбавляют водой до 200 мл — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,05 мг Рb.

2. Испытания на отсутствие тяжелых металлов гр. H₂S (в том числе и ртути) и мышьяка в кислоте, предназначенной для целей пищевых и фармацевтических, — см. государственную фармакопею — уксусная кислота.

8. Железо Fe, 10 мл испытуемой кислоты разбавляют 25 мл воды, прибавляют 10 капель азотной кислоты (пл. 1,4), не содержащей железа, кипятят 2 мин. и по охлаждении переводят раствор в цилиндр с притертой пробкой емкостью в 50 мл. Прибавляют 5 мл 4N раствора роданистого аммония и сравнивают получающуюся окраску с окраской типового раствора, содержащего те же количества воды, азотной кислоты, роданистого аммония, к которому из бюретки прибавляют по каплям типовой раствор железа, содержащий в 1 мл 0,01 мг Fe. По числу миллилитров типового раствора вычисляют содержание железа.

Примечание. Для приготовления типового раствора Fe растворяют 0,864 г химически чистых железоаммонийных квасцов в воде, подкисленной 4 мл серной кислоты (пл. 1,84), и доводят водой до 1 л — раствор А.

10 мл раствора А разбавляют водой до 100 мл — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг Fe.

Раствор Б годен только в день его приготовления.

9. Определение нелетучего остатка. В платиновой чашке выпаривают досуха на водяной бане 95 мл (около 100 г) испытуемой кислоты. Остаток сушат при 105—110° С, охлаждают и взвешивают.

Вес остатка не должен превышать для кислоты I сорта 5 мг и II сорта — 10 мг.

10. Вещества, восстанавливающие перманганат. Испытание для I сорта. 2 мл кислоты разводят 10 мл воды и прибавляют 0,1 мл 0,1N раствора перманганата. Розовая окраска не должна совсем исчезнуть или переходить в коричневую в течение получаса. Параллельно следует ставить глухой опыт в тех же условиях с водой.

Испытание для II сорта. 2 мл кислоты разводят 10 мл воды и прибавляют 1 мл 0,1N раствора перманганата. Розовая окраска не должна совсем исчезнуть или переходить в коричневую в течение 5 мин. Параллельно следует ставить глухой опыт в тех же условиях с водой.

11. Проба на разведение. 10 мл кислоты разводят 30 мл воды. В течение первого часа не должно появляться мути.

12. Проба на содержание солей меди. 25 мл кислоты выпаривают в фарфоровой чашке приблизительно до 0,1 первоначального объема и прибавляют избыток аммиака. Не допускается голубое окрашивание раствора.

13. Проба на содержание свинца. К раствору 1 мл кислоты и 5 мл винного спирта прибавляют несколько капель слабой серной кислоты. Не допускается появление осадка или мути.

14. Проба на содержание серной кислоты и ее солей. К раствору кислоты в дистиллированной воде (1:10) прибавляют несколько капель раствора хлористого бария. Не допускается появление осадка и мути.

15. Проба на содержание соляной кислоты и ее солей. К раствору кислоты в дистиллированной воде (1:10) прибавляют несколько капель раствора азотнокислого серебра. Не допускается образование осадка и мути.

XXIII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ШАВЕЛЕВОЙ КИСЛОТЫ

Характерные реакции щавелевой кислоты следующие.

С солями кальция дает белый осадок щавелевокислого кальция, не растворимый в воде и уксусной кислоте.

Серная кислота разлагает щавелевую кислоту с выделением CO₂.

Азотнокислое серебро осаждает белую щавелевосеребряную соль.

Приводим стандартные методы испытания реактивной щавелевой кислоты.

1. Ацидиметрическое определение содержания H₂C₂O₄ · 2H₂O. Из точной навески препарата (около 6 г) готовят 200 мл водного раствора; 50 мл этого раствора титруют в присутствии 2 капель фенолфталеина 1N раствором едкой щелочи до исчезновения слабозеленого окрашивания.

1 мл 1N раствора щелочи отвечает 0,06303 г H₂C₂O₄ · 2H₂O.

2. Оксидиметрическое определение содержания $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Из точной навески (около 1 г) готовят 100 мл водного раствора; 25 мл этого раствора подкисляют 5 мл H_2SO_4 (уд. вес 1,84), нагревают до 75—80° и титруют в горячем состоянии 0,1N раствором перманганата до остающегося розового окрашивания.

3. **Определение нерастворимых в воде веществ.** 50 г препарата растворяют в 400 мл воды, нагревают на водяной бане в течение 1 часа, фильтруют горячим через стеклянный тигель Шотта (№ 4), фарфоровый тигель с пористым дном (А1) или тигель Гуча, промывают осадок горячей водой, сушат при 105—110° и взвешивают.

4. Определение нелетучих веществ. 5 г препарата прокалывают во взвешенном платиновом тигле сначала на малом, под конец на полном пламени бунзеновской горелки. Остаток в тигле сохраняют для определения железа.

5. Определение хлоридов Cl^- . 2 г препарата растворяют в 25 мл воды, если нужно, фильтруют через промытый три раза горячей водой фильтр, прибавляют 5 мл азотной кислоты (уд. вес 1,4), не содержащей хлора, и 1 мл 0,1N раствора азотнокислого серебра. Образовавшаяся через 10 мин. опалесценция не должна быть интенсивнее опалесценции типового раствора, содержащего в том же объеме те же количества азотной кислоты, раствора AgNO_3 и следующие количества Cl^- :

для препарата	химически чистого . . .	0,02	мг
"	чистого для анализа . .	0,04	"
"	чистого	0,1	"

Для приготовления типового раствора С1 растворяют в воде 1,649 г предварительно слегка прокаленного химически чистого хлористого натрия и полученный раствор доводят водой до 1 л — раствор А.

10 мл раствора А разбавляют водой до 1 л — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мл С.

6. **Определение сульфатов SO_4 .** К 10 г препарата в платиновом тигле прибавляют 0,5 мл 2%-ного раствора соды, высушивают на водяной бане и прокальвают в электрической печи, на пламени спиртовой горелки или на газовом горелке, поместив тигель в отверстие асбестового листа так, чтобы пламя не охватывало всего тигля, а только нижнюю его часть, — сначала на малом огне, под конец на полном пламени. Содержимое тигля растворяют в воде, нейтрализуют несколькими каплями соляной кислоты (уд. вес 1,12), не содержащей SO_4 , прибавляют еще 1 мл той же кислоты, доводят объем раствора до 40 мл, если нужно, фильтруют, нагревают до кипения и прибавляют 5 мл 10%-ного раствора хлористого бария. Образовавшийся через 5 час. осадок не должен превышать осадка в типовом растворе, содержащем в том же объеме то же количество соляной кислоты. 5 мл 10%-ного раствора BaCl и следующие количества SO_4 :

для препарата	химически чистого . . .	0,1 мг
•	чистого для анализа . .	0,2 "
•	чистого	0,5 "

Для приготовления типового раствора на SO_4 растворяют в воде 0,734 г высушенного при 100° безводного химически чистого сероукислого натрия и полученный раствор доводят водой до 1 л — раствор А.

20 мл раствора А доводят водой до 100 мл — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,1 г SO_4 .

7. **Определение тяжелых металлов.** 5 г препарата вносят в предварительно хорошо вымытую, высушенную и прокаленную пробирку, приливают 8 мл химически чистой серной кислоты (уд. вес 1,84) и нагревают на небольшом пламени до тех пор, пока не окончится выделение газов; затем раствор выливают в колбочку с 15 мл воды, нейтрализуют аммиаком (около 50 мл, уд. вес 0,96), подкисляют 5 каплями ледяной уксусной кислоты и прибавляют 10 мл свежеприготовленной сероводородной воды. Появившаяся через 10 мин. темная окраска не должна быть интенсивнее окраски типового раствора, содержащего в том же объеме те же количества серной кислоты, аммиака, сероводородной воды, уксусной кислоты и следующие количества Pb:

для препарата	химически чистого . . .	0,01	мг
"	чистого для анализа . . .	0,025	"
"	чистого	0,05	"

XXV. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ АММИАЧНОЙ ВОДЫ

1. Определение плотности производят пикнометром или ареометром для жидкостей с плотностью меньше единицы. Пробу аммиачной воды охлаждают до 20° С, ополаскивают ею цилиндр для ареометра, наполняют цилиндр испытуемой аммиачной водой и опускают ареометр. Одновременно определяют температуру аммиачной воды и, в случае отклонения от 20° С, вносят поправку на температуру согласно нижеследующей таблице:

Таблица плотностей растворов аммиака при 20°/4°

Плотность	Содержание NH ₃ (в %)	Поправка плотности на ± 1° С	Плотность	Содержание NH ₃ (в %)	Поправка плотности на ± 1° С
0,9295	18	0,00046	0,9101	24	0,00057
0,9229	20	0,00050	0,9040	26	0,00060
0,9164	22	0,00054	0,8980	28	0,00062

2. Определение содержания NH₃. От 12 до 15 мл аммиачной воды взвешивают с тарированным сосуде с притертой пробкой, в который предварительно налито около 30 мл дистиллированной воды. Затем раствор сливают в мерную колбу на 250 мл и доводят водой до метки. 50 мл раствора титруют 1N раствором серной кислоты. В качестве индикатора применяют метилрот. 1 мл 1N раствора серной кислоты соответствует 0,017034 г аммиака.

3. Определение нелетучего при 100° С остатка. 50—100 мл испытуемой аммиачной воды выпаривают в небольшой платиновой или фарфоровой чашечке на водяной бане досуха. Остаток высушивают при 100° С и взвешивают. Полученный вес перечисляют на 1 л раствора.

XXVI. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ЕДКОГО НАТРИЯ

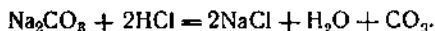
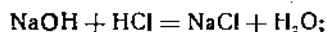
1. Определение едкого и углекислого натрия. Для производства анализа удаляют с поступившей в лабораторию пробы верхний выветрившийся слой, возможно быстрее отбирают навеску в 15 г и растворяют в свежепроточенной дистиллированной воде, не содержащей углекислоты. Раствор сливают в мерную колбу на 250 мл и доводят по охлаждению до метки. Титруя 25 мл этого раствора 1N соляной кислотой в присутствии индикатора метилоранжа, определяют общую щелочность, т. е. содержание едкого и углекислого натрия. К другим 25 мл этого же раствора прибавляют 5 мл хлористого бария (10%-ного), оставляют стоять 15 мин. и затем, титруя той же соляной кислотой в присутствии индикатора фенолфталеина, определяют содержание едкого натрия.

Разность между количеством миллилитров соляной кислоты, израсходованной на первое и второе титрования, дает число миллилитров соляной кислоты, отвечающее содержанию соды.

1 мл 1N раствора HCl соответствует 0,0400 г NaOH. 1 мл 1N раствора HCl соответствует 0,0530 г Na₂CO₃.

Химизм определения едкого и углекислого натрия выражается следующими реакциями.

Первое титрование в присутствии метилоранжа показывает общую щелочность раствора:



Прибавлением хлористого бария удаляется углекислый натрий в виде BaCO₃ и последующим титрованием раствора соляной кислотой определяют количество NaOH:



XXVII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ЕДКОГО КАЛИЯ

1. **Определение содержания едкого калия и поташа.** 20 г препарата растворяют в воде, не содержащей углекислоты, в мерной колбе на 250 мл и доводят раствор до метки. Титруя 25 мл этого раствора 1N соляной кислотой в присутствии индикатора метилоранжа, определяют общую щелочность.

К другим 25 мл этого же раствора прибавляют 5 мл раствора хлористого бария (10%-ного), оставляют стоять 15 мин. и затем, титруя той же соляной кислотой в присутствии индикатора фенолфталеина, определяют содержание едкого калия.

Разность между количеством миллилитров соляной кислоты, израсходованной на первое и второе титрования, дает число миллилитров соляной кислоты, соответствующее содержанию поташа.

1 мл 1N раствора HCl соответствует 0,05611 г КОН. 1 мл 1N раствора HCl соответствует 0,0691 г K_2CO_3 .

XXVIII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ КАЛЬЦИНИРОВАННОЙ СОДЫ

1. **Потеря при прокаливании** в двойном тигле. Навеску соды около 3 г прокаливают в двойном тигле до постоянного веса и определяют потерю веса.

2. **Содержание углекислого натрия Na_2CO_3 .** Навеску соды около 2,5 г растворяют в дистиллированной воде и титруют 1N раствором серной кислоты H_2SO_4 при обыкновенной температуре; индикатор — метилоранж.

1 мл 1N раствора H_2SO_4 соответствует 0,053 г Na_2CO_3 .

3. **Содержание хлористого натрия NaCl.** Метод Фольгарда. Навеску около 5 г прокаленной соды (см. определение 1) растворяют в 25 мл дистиллированной воды. Раствор осторожно пересыщают азотной кислотой и приливают из бюретки 0,1N раствор азотнокислого серебра $AgNO_3$ до полного осаждения ионов хлора (с некоторым избытком). Прибавив после этого около 3 мл насыщенного при обыкновенной температуре раствора железо-аммиачных квасцов, обратно титруют 0,1N раствором роданистого аммония NH_4CNS до появления светлорозового окрашивания.

При расходе a мл 0,1N раствора $AgNO_3$ и b мл 0,1N раствора NH_4CNS содержание NaCl в процентах составит:

$$\frac{(a - b) \cdot 0,585}{c}$$

где c — навеска соды.

4. **Содержание сернокислого натрия Na_2SO_4 .** Навеску соды около 20 г растворяют в воде, осторожно подкисляют соляной кислотой, прибавляют еще 1 мл концентрированной HCl, нагревают до кипения и осаждают кипящим 10%-ым раствором $BaCl_2$, дают постоять раствору на водяной бане не менее 2 час. Осадок отфильтровывают, прокаливают и взвешивают.

XXIX. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ПОТАША

1. **Определение углекислого калия.** Навеску поташа около 5 г растворяют в мерной колбе на 500 мл; 25 мл этого раствора титруют 0,1N раствором HCl в присутствии индикатора метилоранжа. Из числа миллилитров кислоты, необходимой для титрования, вычитают количество миллилитров кислоты, соответствующее содержанию в поташе Na_2CO_3 , определенного (см. ниже) в виде окиса натрия Na_2O и перечисленного на Na_2CO_3 . Разность пересчитывают на K_2CO_3 .

2. **Определение солей натрия.** Раствор 10 г поташа нейтрализуют небольшим избытком соляной кислоты и освобождают от сернокислых солей осаждением хлористым барием. По отфильтровании сернокислого бария избыток хлористого бария удаляют из фильтрата чистым углекислым калием. Фильтрат от углекислого бария подкисляют соляной кислотой и выпаривают досуха. Сухую соль растирают в очень мелкий порошок и переводят в мерную колбу на 100 мл. Прибавив 5 мл воды, нагревают при помешивании; по охлаждению приливают 96%-ного спирта до $\frac{3}{4}$ объема колбы. В течение полчаса колбу сильно взбалтывают, затем добавляют спирт до метки, взбалтывают еще 10 мин., после чего фильтруют. 50 мл фильтрата выпаривают досуха во взвешенной платиновой чашке,

сушат короткое время при 110—120°С, слегка прокаливают и взвешивают. После этого содержимое чашки растворяют в малом количестве воды и определяют содержание хлора титрованием 0,1N раствором AgNO_3 ; индикатор — K_2CrO_4 .

После выпаривания 50 мл спиртового раствора остаток в чашке представляет собой смесь хлористых солей натрия и калия.

При определении в этой смеси количества хлора титрованием и перечислением хлора на хлористый натрий получается величина меньшая, чем найденная взвешиванием, соответственно имеющемуся в смеси количеству хлористого калия.

Содержание KCl и Na_2O определяется по следующим формулам:

$$\frac{(a - b) \cdot 74,6}{16,1} = c \text{ — количество KCl в 50 мл фильтрата,}$$

$$\frac{(a - c) \cdot 100 \cdot 95 \cdot M}{d \cdot 50 \cdot 2 \cdot N} = H \text{ — содержание Na}_2\text{O в процентах,}$$

где a — вес хлоридов в 50 мл спиртового раствора,

b — количество хлористого натрия по хлору, найденному титрованием,

M — молекулярный вес Na_2O ,

N — молекулярный вес NaCl ,

d — навеска поташа.

Этот метод основан на значительно лучшей растворимости в спирте хлористого натрия по сравнению с хлористым калием и применим при малом содержании солей натрия (не более 1% в пересчете на NaCl).

3. **Определение сернистого калия.** Фильтрат от определения нерастворимого остатка (см. ниже) нейтрализуют по прибавлении метилоранжа соляной кислотой. После нейтрализации прибавляют на каждые 30 мл жидкости около 0,1 мл крепкой соляной кислоты. Кипящий раствор осаждают небольшим избытком тоже нагретого до кипения 5%-ного раствора хлористого бария.

После отстаивания осадка в течение 1 часа на водяной бане жидкость в колбе оставляют стоять еще несколько часов, лучше на ночь, на холоду. Осадок отфильтровывают, промывают, сжигают и взвешивают.

4. **Определение хлористого калия.** Навеску поташа в 2—3 г растворяют в воде, нейтрализуют избытком азотной кислоты и прибавляют 25 мл 0,1N раствора AgNO_3 . По отстаивании осадка последний отфильтровывают и промывают три раза водой. К соединенному фильтрату прибавляют в качестве индикатора несколько миллилитров насыщенного раствора железных квасцов, подкисляют азотной кислотой и обратно оттитровывают 0,1N раствором NH_4CNS .

1 мл 0,1N раствора AgNO_3 соответствует 0,00746 г KCl .

5. **Определение влаги.** Навеску поташа в 2—5 г нагревают в платиновом тигле на слабом пламени до постоянного веса. Убыль в весе соответствует содержанию влаги в поташе.

6. **Определение нерастворимого остатка.** Навеску поташа около 10 г растворяют в воде. Раствор нагревают и фильтруют через небольшой беззольный фильтр. После хорошей промывки фильтр с осадком сжигают, прокаливают и взвешивают. Фильтрат сохраняют для определения сернистого калия (см. выше).

XXX. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ БРОМИСТОГО КАЛИЯ

1. **Определение нерастворимых в воде веществ.** 50 г препарата растворяют при нагревании в 150 см³ воды; раствор выдерживают в течение часа на водяной бане, фильтруют через тигель Гуча, стеклянный тигель Шотта (C_4) или фарфоровый тигель с пористым дном; осадок промывают горячей водой, высушивают при 105° и взвешивают.

Вес осадка не должен превышать:

для препарата химически чистого . . .	0,0025 г
„ „ чистого для анализа . . .	0,005 „
„ „ чистого	0,01 „

2. Определение щелочности. 5 г препарата растворяют в 30 см³ воды, титруют 0,01N раствором HCl в присутствии 1 капли метилоранжа.

0,01N HCl должно расходоваться не больше 0,75 см³ для химически чистого препарата, 2,75 см³ — для чистого для анализа препарата и 3,75 см³ — для чистого препарата.

Примечание. При определении в препарате щелочности вводится поправка на щелочность воды, взятой для растворения препарата.

3. Определение броматов BrO₃. 2 г препарата растворяют в 20 см³ воды, прибавляют 1 см³ 2%-ного раствора иодистого калия и 5 см³ 1N серной кислоты¹. Появляющаяся через 30 мин. окраска не должна быть интенсивнее окраски, получающейся в растворе того же объема, содержащем 1 см³ 2%-ного раствора иодистого калия, 5 см³ 1N серной кислоты и следующие количества BrO₃:

для препарата химически чистого . . .	0,01 мг
" " чистого для анализа . . .	0,04 "
" " чистого	0,1 "

Примечание. Для приготовления типового раствора BrO₃ растворяют 1,306 г предварительно высушенного в эксикаторе над серной кислотой бромноватокислого калия и доводят водой раствор до 1 л — раствор А.

10 см³ раствора А разбавляют водой до 200 см³ — раствор Б.

1 см³ раствора Б содержит 0,05 мг BrO₃.

4. Определение сульфатов SO₄. 10 г препарата растворяют в 30 см³ воды, а если нужно, фильтруют; раствор подкисляют 0,5 см³ соляной кислоты (уд. вес 1,12) и прибавляют 2 см³ хлористого бария (10%). Образующаяся через 40 мин. муть не должна быть интенсивнее муты, образующейся в тех же условиях в типовом растворе такого же объема, содержащем то же количество бромистого калия без серной кислоты, 0,5 см³ соляной кислоты, 2 см³ хлористого бария (10%) и следующие количества SO₄:

для препарата химически чистого . . .	0,2 мг
" " чистого для анализа . . .	0,5 "
" " чистого	1 "

Примечания. 1. Если не имеется препарата бромистого калия, не содержащего серной кислоты, нужно взять 40 г имеющегося препарата, растворить в 120 см³ воды, прибавить 2 см³ соляной кислоты (уд. вес 1,12) и 8 см³ раствора хлористого бария (10%). Выделившийся осадок сернокислого бария отфильтровывают через 10—12 час и в 32,5 см³ этого раствора вводят типовый раствор SO₄.

2. Для приготовления типового раствора растворяют 0,739 г высушенного при 100°С химически чистого сернокислого натрия и полученный раствор доводят водой до 1 л; 1 см³ этого раствора содержит 0,5 мг SO₄.

5. Определение азота N (общего, из нитратов, нитритов, аммиака и пр.). 4 г препарата растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 20 см³ раствора едкой щелочи (10%) и 0,5 г сплава Дебарда. Реакцию ведут в колбочке на 150 см³, с закрытой пробкой с гуськом, содержащим серную кислоту (1 : 3); затем оставляют колбочку на 3 часа, по временам взбалтывая. Раствор разбавляют водой до 100 см³, сифонируют 50 см³ прозрачной жидкости и прибавляют 2 см³ реактива Несслера; образующаяся окраска не должна быть интенсивнее окраски раствора того же объема, содержащего то же количество щелочи, восстановленной сплавом Дебарда в тех же условиях, и следующие количества азота:

для препарата химически чистого . . .	0,02 мг
" " чистого для анализа . . .	0,04 "
" " чистого	0,04 "

Примечание. Для приготовления типового раствора азота растворяют 0,382 г предварительно высушенного при 100°С химически чистого хлористого аммония и доводят раствор до 1 л — раствор А.

20 см³ раствора А разбавляют водой до 100 см³ — раствор Б.

1 см³ раствора Б содержит 0,02 мг азота.

¹ При определении примесей навески испытуемого препарата следует брать с точностью до 0,1 г.

лого калия, серной кислоты, хлороформа или бензола и следующие количества иода:

для препарата химически чистого	0,2 мг
" " чистого для анализа	0,5 "
" " чистого	1 "

Примечания. 1. Определение лучше всего производить в пробирках на 20 см³ с притертыми пробками.

2. Для приготовления типового раствора растворяют 0,654 г химически чистого свежеперекристаллизованного из спирта иодистого калия и доводят водой раствор до 1 л; 1 см³ этого раствора содержит 0,5 мг I. Раствор может сохраняться несколько дней в желтой склянке.

13. Определение содержания КВг. Точную навеску препарата (около 0,5 г) растворяют в 25 см³ воды в мерной колбе на 100 см³, подкисляют раствор 10 см³ HNO₃ (уд. вес 1,15), прибавляют 50 см³ 0,1N раствора AgNO₃ и, закрыв колбу пробкой, взбалтывают до тех пор, пока осадок не соберется в комки и находящийся над ним раствор не станет прозрачным. После этого колбу доливают до черты водой, раствор перемешивают и фильтруют через сухой фильтр. Отбросив первые 10—15 см³, берут 50 см³ фильтрата, прибавляют к ним 1—2 см³ раствора железоммонийных квасцов и оттитровывают избыток серебра 0,1N раствором роданистого аммония.

1 см³ 0,1N раствора AgNO₃ соответствует 0,011902 г КВг; log — 07562.

Примечание. Если препарат содержит хлор, то необходимо ввести поправку при вычислении действующего начала. Для этого из найденного числа кубических сантиметров азотнокислого серебра вычитают число кубических сантиметров его, отвечающее содержанию хлора.

XXXI. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ТЕХНИЧЕСКОГО ХРОМПИКА

1. Определение K₂Cr₂O₇. Из навески около 3,5 г готовят раствор в мерной колбе на 1 л. Отбирают пипеткой 50 мл этого раствора в эрленмейеровскую колбу емкостью около 700 мл и приливают 50 мл кислого раствора железного купороса (30 г FeSO₄ · 7H₂O и 200 мл H₂SO₄ пл. 1,84 в 1 л), разбавляют водой до 500 мл и титруют 0,1N раствором KMnO₄ до перехода окраски из светло-зеленой в фиолетовую, не исчезающую в течение 1/2 мин.

В другую эрленмейеровскую колбу отбирают пипеткой 25 мл кислого раствора железного купороса, разбавляют водой до 250 мл и титруют также 0,1N раствором KMnO₄.

Процент K₂Cr₂O₇ определяют по формуле:

$$x = \frac{(2a - b) \cdot 0,4904 \cdot 20}{c},$$

где *a* — число миллилитров 0,1N раствора KMnO₄, пошедших на второе титрование,

b — число миллилитров 0,1N раствора KMnO₄, пошедших на первое титрование,

c — навеска.

2. Определение влаги. Навеску растертого хромпика около 10 г сушат в сушильном шкафу при 120—130°С до постоянного веса.

Потеря в весе соответствует содержанию влаги.

3. Определение нерастворимого минерального остатка. Навеску хромпика около 20 г растворяют в воде. Нерастворимое переносят на беззольный фильтр. После промывания нерастворимое вместе с фильтром помещают в фарфоровый тигель, сжигают, прокалывают до постоянного веса и взвешивают.

XXXII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ДВУХХРОМОВОКИСЛОГО АММОНИЯ

1. Определение содержания (NH₄)₂Cr₂O₇. 2 г препарата растворяют в воде и раствор доводят водой до 200 мл. 20 мл этого раствора помещают в колбу Эрленмейера с притертой пробкой вместимостью около 400—500 мл, прибавляют 2 г иодистого калия, свободного от нитридных солей, и 10 мл серной кислоты

(уд. вес 1,110); по истечении 10 мин. прибавляют 250—300 мл воды и выделившийся иод оттитровывают 0,1N раствором гипосульфита, прибавляя под конец титрования раствор крахмала в качестве индикатора.

1 мл 0,1N раствора гипосульфита соответствует 0,0042017 г $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

2. **Определение нерастворимых в воде веществ.** 50 г препарата растворяют при слабом нагревании в 150 мл воды, фильтруют через стеклянный тигель Шотта, фарфоровый тигель с пористым дном (A_1) или тигель Гуча, промывают горячей водой, сушат при 110° и взвешивают.

XXXIII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ХЛОРИСТОГО АММОНИЯ

Характерные реакции. При приливании к раствору нашатыря азотнокислого серебра выделяется белый творожистый осадок хлористого серебра. Нашатырь вступает в реакцию с едкими щелочами с выделением свободного аммиака.

Присутствие примесей в хлористом аммонии можно проверить следующими реакциями.

Чистый хлористый аммоний должен без остатка улетучиваться при нагревании.

Для реакции на присутствие железа в пробу приливают желтую кровавую соль; появившийся при взбалтывании голубой осадок указывает на присутствие железа.

Присутствие солей серной кислоты определяется прибавлением к пробе, подкисленной соляной кислотой, хлористого бария — появление белого нерастворимого осадка указывает на наличие в нашатыре солей серной кислоты.

Приводим стандартные методы испытаний технического нашатыря.

1. **Содержание NaCl .** Навеску около 3 г помещают в платиновый тигель с крышкой и нагревают на бунзеновской горелке до постоянного веса (полного выделения NH_4Cl). Остаток растворяют в дистиллированной воде и сливают в мерную колбу емкостью в 100 мл. Отбрав пипеткой 10 мл раствора, титруют 0,1N раствором азотнокислого серебра AgNO_3 . Индикатор — K_2CrO_4 .

Количество израсходованного при этом 0,1N раствора AgNO_3 уменьшают на 0,2 мл, необходимых на образование хромовокислого серебра.

1 мл 0,1N раствора AgNO_3 соответствует 0,00585 г NaCl .

2. **Содержание NH_4Cl .** Навеску нашатыря около 5 г растворяют в дистиллированной воде, сливают в мерную колбу емкостью в 1000 мл и доводят водой до метки; отбирают 20 мл и титруют 0,1N раствором азотнокислого серебра по предыдущему.

Разность между содержанием хлора, полученным по второму и первому определениям, отвечает содержанию NH_4Cl в нашатыре.

1 мл 0,1N раствора AgNO_3 соответствует 0,00535 г NH_4Cl .

XXXIV. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ БРОМИСТОГО АММОНИЯ

Характерные реакции. При действии на бромистый аммоний азотнокислым серебром выпадает желтый осадок бромистого серебра — AgBr , растворимый в гипосульфите. Едкая щелочь выделяет аммиак.

Определение присутствия примесей. В продажном бромистом аммонии встречается нередко примесь бромистого калия, бромноватого калия и хлористого аммония (нашатыря).

В присутствии бромноватых соединений раствор окрашивается в желтый цвет при прибавлении соляной кислоты.

Присутствие нашатыря определяется следующим образом. Берут слабый раствор бромистого аммония и приливают его в слабый раствор азотной кислоты; при прибавлении к этому раствору одной капли 1%-ного раствора азотнокислого серебра образуется белый осадок хлористого серебра, который легко растворяется в аммиаке. Приводим стандартные методы испытания.

1. **Определение содержания NH_4Br .** Около 0,4 г препарата (точная навеска) растворяют в 25 мл воды в мерной колбе на 100 мл, подкисляют раствором 10 мл азотной кислоты (уд. вес 1,15), прибавляют 50 мл 0,1N раствора азотнокислого серебра и, закрыв колбу пробкой, взбалтывают до тех пор, пока осадок не соберется в комки, а находящийся над ним раствор не станет прозрачным. После

этого колбу доливают до черты водой, раствор перемешивают и фильтруют через сухой фильтр. Отбросив первые 10—15 мл, берут 50 мл фильтрата, прибавляют к ним 1—2 мл раствора железоаммонийных квасцов и оттитровывают избыток серебра 0,1N раствором роданистого аммония.

1 мл 0,1N раствора азотнокислого серебра соответствует 0,009796 г NH_4Br .

2. **Определение нерастворимых в воде веществ.** 50 г препарата растворяют в 150 мл воды и нагревают на водяной бане в течение часа; фильтруют через стеклянный тигель Шотта (№ 4), фарфоровый с пористым дном (А1) или тигель Гуча; остаток промывают горячей водой, сушат при 105—110° и взвешивают.

3. **Определение нелетучих веществ.** 10 г препарата помещают в фарфоровый тигель емкостью в 80 мл и осторожно нагревают до полного улетучивания соли. По охлаждении остаток обрабатывают 1 мл серной кислоты (уд. вес 1,11), выпаривают на водяной бане и прокалывают при слабом красном калении до постоянного веса.

XXXV. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ИОДИСТОГО АММОНИЯ

Определение присутствия примесей. Иодистый аммоний может быть загрязнен углекислым аммонием, сернокислым аммонием и солями железа. Соли железа могут вызывать десенсибилизацию пластинок и появление желтых пятен и синих точек. Присутствие углекислого аммония узнают по белому осадку углекислого кальция, выпадающему из раствора иодистого аммония при прибавлении водного раствора хлористого кальция и аммиака.

Присутствие сернокислого аммония определяют по белому осадку сернокислого бария, выпадающему от прибавления хлористого бария.

Присутствие следов железа определяют по синему окрашиванию испытуемого препарата, появляющемуся от прибавления желтой кровяной соли.

XXXVI. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ИОДИСТОГО КАДМИЯ

Определение присутствия примесей. Иодистый кадмий может быть загрязнен иодистым цинком. Для обнаружения примеси цинка в подкисленный соляной кислотой раствор иодистого кадмия прибавляют сероводородной воды (до ясно ощутимого запаха сероводорода) и нейтрализуют раствор аммиаком и сернистым аммонием. В случае присутствия цинка выпадает белый осадок сернистого цинка ZnS .

XXXVII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ХЛОРИСТОГО КАЛЬЦИЯ

1 г препарата должен хорошо растворяться в воде. Водный раствор должен быть прозрачен и нейтрален.

1 г препарата должен полностью растворяться в 4 г абсолютного спирта.

При прибавлении к раствору хлористого кальция серной кислоты должен выпасть осадок сернокислого кальция.

При прибавлении азотнокислого серебра должен выпасть осадок хлористого серебра.

Приводим стандартные методы испытания.

1. **Определение содержания CaCl_2 .** Точную навеску препарата (около 4,4 г) растворяют в мерной колбе емкостью в 500 мл и доводят объем до метки; 25 мл этого раствора помещают в мерную колбу емкостью в 100 мл, туда же прибавляют 10 мл азотной кислоты (уд. вес 1,15), 50 мл 0,1 N раствора азотнокислого серебра; колбу энергично встряхивают, чтобы выделившееся хлористое серебро собралось в комки, и доводят объем водой до метки. Через сухой бумажный фильтр в сухую колбу отфильтровывают, отбросив первые 10 мл, 50 мл жидкости и оттитровывают избыток раствора азотнокислого серебра 0,1N раствором роданистого аммония в присутствии железоаммонийных квасцов.

1 мл 0,1N раствора азотнокислого серебра отвечает 0,0055495 г CaCl_2 ; $\log = 74425$.

Определение щелочности $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$. 2 г препарата растворяют в 50 мл воды, свежепрокипяченной и охлажденной без доступа углекислоты. При-

* При определении примесей навески берут с точностью до 0,1 г.

бавляют 2 капли фенолфталеина и оттитровывают 0,1N раствором соляной кислоты. До исчезновения красной окраски должно быть прибавлено не более 5,4 мл 0,1N HCl.

Для остальных определений готовят раствор из 25 г препарата в воде и объем его доводят до 100 мл — раствор А; раствор, если нужно, фильтруют.

2. Магний и щелочные соли. В колбе Эрленмейера емкостью в 400—500 мл к 8 мл раствора А прибавляют 92 мл воды, 5 мл соляной кислоты (уд. вес 1,19), нагревают до кипения и прибавляют 100 мл раствора щавелевой кислоты (4%); по охлаждении раствор медленно нейтрализуют аммиаком (1:2), не содержащим углекислоты, в присутствии кусочка лакмусовой бумаги, затем, доведя объем до 250 мл, оставляют стоять. Через 4 часа в платиновую чашку емкостью в 250—300 мл отфильтровывают 125 мл, выпаривают на водяной бане досуха, подсушивают в сушильном шкафу при 120° и удаляют аммонийные соли нагреванием сначала на песчаной бане, а затем на голом огне, под конец очень слабо прокаливая. Остаток по охлаждении обрабатывают 10 каплями серной кислоты (уд. вес 1,84) и несколькими миллиметрами воды, выпаривают сначала на водяной бане, затем осторожно на голом огне, до удаления паров серной кислоты, слабо прокалывают, трижды, каждый раз с 3—5 мл воды, выпаривают на водяной бане и, наконец, растворив остаток в воде, фильтруют во взвешенную платиновую чашку; фильтрат выпаривают досуха, остаток осторожно прокаливают и взвешивают. Вес прокаленного остатка не должен превышать 7,5 мг.

Примечание. При вычислении делается поправка на содержание магния и щелочных солей в употребляемых реактивах: щавелевой кислоте, аммиаке, соляной кислоте; определение делается вышеописанным путем.

XXXVIII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ АЗОТНОКИСЛОГО СЕРЕБРА

Качественная реакция. Если надо узнать, действительно ли в банке находится азотнокислое серебро, то растворяют в пробирке один кристаллик контролируемого продукта и к полученному раствору прибавляют небольшое количество поваренной соли. При этом должен образоваться значительный хлопьевидный осадок хлористого серебра, растворяющийся при добавлении нашатырного спирта.

Приводим стандартные методы испытания азотнокислого серебра.

1. Весовое определение содержания AgNO_3 в виде AgCl . Около 1 г препарата (точная навеска) растворяют в 100 см³ воды, нагревают раствор до кипения и прибавляют из бюретки (или пипетки) соляную кислоту (уд. вес 1,25) при постоянном помешивании до тех пор, пока не прекратится выпадение осадка. Нагревание и помешивание продолжают еще некоторое время, пока осадок не соберется в комочки, и дают ему осесть в темном месте. Через 2—3 часа жидкость фильтруют через стеклянный тигель Шотта, фарфоровый фильтрующий тигель или тигель Гуча; осадок промывают сначала декантацией в стакане, затем в тигле холодной водой, подкисленной азотной кислотой (1 см³ HNO_3 уд. вес 1,15 в 100 см³ воды), до исчезновения реакции на хлор, и под конец — два раза чистой водой для удаления азотной кислоты. Промытый осадок сушат сначала при 100°, затем при 130° до постоянного веса.

Фактор для перевода веса AgCl на AgNO_3 — 1,1852; $\log$ — 0,7380.

Определение содержания AgNO_3 в виде металла можно также вести электролизом из раствора в цинковом калии:

а) медленным электролизом с неподвижными электродами (см. A. Classen, Quantitative Analyse durch Elektrolyse, 1927, 142 стр.);

б) быстрым электролизом с вращающимися электродами (см. A. Classen, цит. соч.);

в) быстрым электролизом с вращающимися электродами (см. W. Tredwell, Elektroanalytische Methoden, 1915, 86 стр.).

Из азотнокислого раствора определение содержания AgNO_3 в виде металла производится быстрым электролизом с вращающимися электродами (см. A. Classen, цит. соч., 141 стр.).

2. Определение нерастворимых в воде веществ. 50 г соли растворяют в воде, прибавляют 0,5 см³ HNO_3 (уд. вес 1,15), доводят водой до 500 см³ и фильтруют в чистую сухую колбу через стеклянный тигель Шотта, фарфоровый фильтрующий тигель или тигель Гуча; фильтрат А без промывных вод сохра-

По числу кубических сантиметров типового раствора, израсходованных на уравнение окраски, вычисляют содержание Fe в испытуемом препарате.

Примечания. 1. Для контроля, если нужно, выпаривают 200 см³ воды и 10 см³ той же соляной кислоты и в остатке определяют тем же путем Fe; количество последнего учитывается при основном испытании.

2. Для приготовления типового раствора растворяют 0,864 г химически чистых, невыветрившихся железоаммонийных квасцов в воде, подкисленной 4 см³ серной кислоты (уд. вес 1,84), и доводят водой до 1 л — раствор А.

10 см³ раствора А разбавляют водой до 100 см³ — раствор Б.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг Fe.

Раствор Б годен только в день его приготовления.

7. **Определение меди Cu.** К сухому остатку (см. п. 2) прибавляют 3 капли HCl (уд. вес 1,125) и 5 см³ воды, нагревают до кипения, фильтруют через малый фильтр (7 см) в цилиндр на 20 см³; фильтрат доводят водой до 10 см³, прибавляют к нему 4—5 капель NH₄OH (уд. вес 0,96), подкисляют 10%/-ной уксусной кислотой (около 5 капель), прибавляют 1 см³ раствора (1 : 2) или 0,5 г твердого NH₄CNS и 2 капли пиридина. Смесь хорошо взбалтывают и оставляют на 1 час. Затем прибавляют 2 см³ хлороформа, хорошо взбалтывают и наблюдают окраску хлороформа. Получающаяся зеленая окраска не должна быть интенсивнее окраски типового раствора, содержащего в таком же объеме воды те же количества вышеупомянутых реактивов и следующие количества Cu:

для препарата химически чистого . . .	0,04 мг
“ “ чистого для анализа . . .	0,06 “
“ “ чистого	0,1 “

Примечание. Для получения типового раствора растворяют в воде 1,5712 г свежее перекристаллизованного CuSO₄ · 5H₂O и раствор доводят водой до 1 л — раствор А.

10 см³ раствора А добавляют водой до 100 см³ — раствор Б.

1 см³ раствора Б содержит 0,04 мг Cu.

8. **Определение свинца и висмута (Pb + Bi).** 10 г соли растворяют в 15 см³ воды, прибавляют 3 капли HNO₃ (уд. вес 1,15), если нужно, фильтруют и доводят водой до 20 см³ — раствор Б. В четыре колбочки Эрленмейера на 40—60 см³ берут следующие количества раствора Б: 10 см³, соответствующих 5 г соли; 5 см³ — 2,5 г соли; 2 см³ — 1 г соли и 1 см³ — 0,5 г соли. Выравнивают объемы водой до 10 см³ и из бюретки прибавляют аммиак (уд. вес 0,96) до полного растворения выпадающего вначале бурого осадка гидрата окиси серебра; снова выравнивают объемы водой приблизительно до 25 см³ и оставляют на 3 часа. Через 3 часа наблюдают, при каком количестве соли наступает момент исчезновения муты или осадка.

Если при навеске в 5 г муты нет или она на границе видимости, то содержание Pb + Bi меньше или равно 0,002%. Большие количества определяются по формуле:

$$\frac{0,002 \cdot 5}{a},$$

где *a* — навеска соли, которая должна быть не меньше:

для препарата химически чистого	2,5 г
“ “ чистого для анализа	1,0 “
“ “ чистого	0,5 “

XXXX. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ЖЕЛЕЗНОГО КУПОРОСА

Определение содержания примесей. Присутствие соединений меди определяют погружением в раствор железного купороса металлического железа с хорошо очищенной поверхностью. Появление на поверхности железа красного налета меди свидетельствует о загрязнении железного купороса медными соединениями. Другой способ состоит в том, что к раствору железного купороса прибавляют нашатырный спирт. Появление синего окрашивания раствора указывает на присутствие соединений меди. Количество появляющейся муты или даже

осадка при растворении железного купороса показывает степень его загрязнения различными нерастворимыми примесями (например, гидратами окиси железа и другими соединениями).

Приводим стандартные методы испытания технического железного купороса.

1. **Содержание FeSO_4 .** Около 1 г (точная навеска) железного купороса растворяют в 25 мл прокипяченной и охлажденной перед производством анализа дистиллированной воды, прибавляют 50 мл 20%-ной серной кислоты и титруют 0,1N раствором KMnO_4 .

1 мл 0,1 N раствора KMnO_4 соответствует 0,015191 г FeSO_4 .

2. **Содержание нерастворимого остатка.** 20 г железного купороса (навеска с точностью до 0,1 г) растворяют в 2%-ной серной кислоте (приблизительно в 100 мл), фильтруют через фильтр, предварительно высушенный при 100° до постоянного веса, и промывают сначала 2%-ной серной кислотой, а затем водой; фильтр с остатком высушивают при 100° до постоянного веса. При высушивании фильтра как с остатком, так и без него пользуются стаканчиком с притертой пробой.

3. **Содержание свободной серной кислоты.** 25 г железного купороса (навеска с точностью до 0,1 г) растворяют приблизительно в 400 мл прокипяченной и охлажденной перед производством определения дистиллированной воды, прибавляют 2—3 капли метилоранжа и титруют 0,1N раствором едкого натра.

1 мл 0,1N раствора NaOH соответствует 0,0049 г H_2SO_4 .

XI. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ КРАСНОЙ КРОВЯНОЙ СОЛИ

1. **Определение содержания $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$.** Точную навеску (около 1,3 г) препарата растворяют в 50 мл воды; к раствору прибавляют 3 г нодистого калия, свободного от нодатов, и 3 г $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и титруют выделяющийся иод 0,1 N раствором серноватистокислого натрия в присутствии крахмала.

1 мл 0,1N раствора серноватистокислого натрия соответствует 0,032919 г $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$.

2. **Определение нерастворимых в воде веществ.** 50 г препарата растворяют в 200 мл воды, раствор нагревают на водяной бане в течение 1 часа, фильтруют через стеклянный фильтр Шотта (№ 4), фарфоровый тигель с пористым дном (А1) или тигель Гуча, остаток промывают горячей водой, сушат при 105—110° и взвешивают.

3. **Определение хлоридов Cl .** 2 г препарата растворяют в 175 мл воды; к раствору прибавляют 2,5 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (свободного от хлора), растворенные в 25 мл воды, тщательно перемешивают, дают осадку отстояться (в течение 24 час.) и фильтруют (фильтр должен быть предварительно промыт горячей водой). К 50 мл фильтрата прибавляют 2 мл азотной кислоты (уд. вес 1,15) и 2 мл 0,1 N раствора азотнокислого серебра. Образовавшаяся через 20 мин. опалесценция не должна быть интенсивнее опалесценции типового раствора, содержащего в том же объеме 0,4 г сернокислого калия (без Cl), 2 мл азотной кислоты (уд. вес 1,15), 2 мл раствора (0,1N) азотнокислого серебра и следующие количества Cl :

для препарата химически чистого	0,025 мг
" " чистого для анализа	0,1 "
" " чистого	0,2 "

Примечание. Для приготовления типового раствора растворяют в воде 1,649 г предварительно слегка прокаленного химически чистого хлористого натрия и полученный раствор доводят до 1 л — раствор А.

50 мл раствора А разбавляют водой до 1 л — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,05 мг Cl .

4. **Определение сульфатов SO_4 .** 5 г препарата растворяют в 50 мл воды, раствор подкисляют 5 каплями соляной кислоты (уд. вес 1,125) и на холоду прибавляют 2,5 мл раствора хлористого бария (10%). Появившийся через 10 мин. осадок не должен быть больше осадка типового раствора, содержащего в том же объеме 5 г калия железосинеродистого (без SO_4), 5 капель соляной кислоты

(уд. вес 1,125), 2 мл раствора хлористого бария (10%) и следующие количества SO_4 :

для препарата химически чистого . . .	0,25 мл
" " чистого для анализа . . .	0,5 "
" " чистого	1 "

Примечание. Для приготовления типового раствора растворяют в воде 0,739 г высушенного при 100° безводного химически чистого сернокислого натрия и полученный раствор доводят водой до 1 л — раствор А.

1 мл раствора А содержит 0,5 мг SO_4 .

Если нет калия железосинеродистого, не содержащего SO_4 , раствор его можно приготовить следующим образом: 25 г препарата растворяют в 225 мл воды, раствор подкисляют 25 каплями соляной кислоты (уд. вес 1,125) и на холоду прибавляют 12,5 мл хлористого бария (10%); через 15—18 час. прозрачную жидкость сифонируют с осадка. 47,5 мл этого раствора отвечают 5 г калия железосинеродистого. Для приготовления типового раствора к 45 мл прибавляют нужное количество миллилитров раствора А и доводят затем объем водой до 52,5 мл.

5. **Определение железистосинеродистой соли $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$.** 8 г препарата растворяют в 800 мл прокипяченной воды. Раствор разделяют на две части, прибавляют 10 мл серной кислоты (20%) и титруют 0,1N раствором марганцевокислого калия до появления красного заметного окрашивания по сравнению с контрольной пробой. Для химически чистого и чистого для анализа препаратов не должно быть прибавлено более 0,1 мл 0,1N раствора марганцевокислого калия, для чистого препарата — более 0,2 мл того же раствора; 1 мл 0,1N раствора KMnO_4 отвечает 0,0212 г $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$.

XLII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ МЕДНОГО КУПОРОСА

1. **Определение нерастворимого остатка.** Навеску медного купороса около 10 г растворяют в небольшом количестве воды. Раствор фильтруют через беззольный фильтр в медную колбу на 500 мл. Нерастворимый остаток промывают на фильтре горячей водой до исчезновения в промывных водах реакции на медь (проба аммиаком; посинение — признак наличия меди).

Фильтрат с промывными водами сохраняют в мерной колбе для последующих определений.

Промытый фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, сначала подсушивают на небольшом пламени горелки, затем сжигают и короткое время прокаливают, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2. **Определение содержания $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.** Фильтрат от предыдущего определения, находящийся в мерной колбе на 500 мл, охлаждают до комнатной температуры, дополняют водой до метки и хорошо перемешивают. Берут пипеткой 50 мл раствора в колбу Эрленмейера на 200 мл, прибавляют 1 г пиррофосфорнокислого натрия $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, 3—4 г иодистого калия и 10 мл 80%-ной уксусной кислоты, дают постоять 10 мин. и титруют 0,1N раствором гипосульфита до слабожелтой окраски, добавляют 2 мл раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски.

Содержание $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\% \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{ak \cdot 0,024971 \cdot 500 \cdot 100}{50 n} = \frac{24,971 a \cdot k}{n},$$

где a — число миллилитров 0,1N раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедших на титрование, k — коэффициент для приведения раствора гипосульфита к точно 0,1N раствору,

n — навеска медного купороса.

3. **Определение свободной серной кислоты.** Из той же мерной колбы (см. п. 2) берут 100 мл и титруют 0,1N раствором едкого натра до появления не исчезающей муты.

1 мл 0,1N раствора NaOH соответствует 0,0049 г H_2SO_4 .

4. **Определение железа.** К навеске в 5 г медного купороса прибавляют 3 г хлористого аммония и все растворяют в воде. Прибавив несколько капель азот-

ной кислоты (пл. 1,4), раствор нагревают до кипения и осаждают железо избытком аммиака. Осадок отфильтровывают и промывают несколько раз горячей водой, к которой прибавлено немного хлористого аммония и аммиака. После тщательной промывки осадка горячей водой, содержащей аммиак, осадок на фильтре растворяют в 50 мл 20%-ной серной кислоты, переводят раствор в медную колбу на 1 л и доливают водой до метки. При анализе медного купороса I сорта пользуются непосредственно этим раствором, для II же сорта берут 50 мл полученного раствора и доводят до 250 мл.

Приготовленный таким образом для колориметрирования раствор железа из медного купороса I или II сорта хорошо перемешивают, отбирают пипеткой 10 мл в мерный цилиндр с притертой пробкой емкостью в 50 мл, туда же прибавляют 4 мл 4N раствора роданистого аммония, 10 мл изоамилового спирта, доводят водой до 50 мл, взбалтывают и сравнивают получившуюся окраску спиртового слоя с окраской спиртового слоя в другом точно таком же цилиндре, куда вводят 10 мл воды, 0,5 мл 20%-ной серной кислоты (для I сорта) или 0,1 мл 20%-ной серной кислоты (для II сорта), 4 мл раствора роданистого аммония, 10 мл изоамилового спирта, доводят до 50 мл водой и из бюретки прибавляют по каплям типовой раствор железа, содержащий в 1 мл 0,01 мг Fe, до уравнивания окраски слоев спирта в обоих цилиндрах. Сравнение окрасок производят всякий раз после взбалтывания содержимого обоих цилиндров. Содержание железа вычисляют по следующим формулам:

а) для I сорта:

$$\% \text{ Fe} = \frac{a \cdot 0,00001 \cdot 1000 \cdot 100}{10 \cdot n} = \frac{0,1 a}{n};$$

б) для II сорта:

$$\% \text{ Fe} = \frac{a \cdot 0,00001 \cdot 1000 \cdot 100}{2 \cdot n} = \frac{0,5 a}{n}.$$

Приготовление типового раствора. Для приготовления типового раствора растворяют 0,864 г химически чистых железозаммонийных квасцов в воде, подкисленной 4 мл серной кислоты (пл. 1,84), и доводят водой до 1 л — раствор А. 10 мл раствора А разбавляют водой до 100 мл — раствор Б.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг Fe.

Раствор Б годен только в день его приготовления.

Примечание. В случае отсутствия изоамилового спирта допускается применение вместо него серного эфира.

5. Определение мышьяка. Навеску медного купороса в 5 г растворяют в воде, прибавляют 10 мл раствора железозаммонийных квасцов (отвечающих 0,5 г Fe_2O_3), разбавляют водой до 200 мл и осаждают железозаммиаком, прибавляя последний до тех пор, пока не растворится весь выпавший вначале гидрат окиси меди. Осадку гидроокиси железа дают собраться в хлопья на водяной бане и затем фильтруют через неплотный фильтр, промывая несколько раз горячей водой. Осадок на фильтре растворяют горячей разбавленной соляной кислотой (1 : 4), хорошо промывают фильтр и вновь осаждают железозаммиаком. Полученный осадок $[\text{Fe}(\text{OH})_3]$ содержит весь мышьяк. Осадок растворяют горячей соляной кислотой (1 : 4), промывая фильтр кислотой той же концентрации.

Раствор с промывной жидкостью переносят в мерную колбу емкостью в 500 мл и доводят до метки, прибавляя соляную кислоту (1 : 4).

Хорошо перемешав содержимое колбы, берут пипеткой 100 мл раствора, помещают в банку прибора Гутцайта на 250 мл, приливают еще 100 мл горячей (70–80°) воды, 0,5 мл насыщенного раствора SnCl_2 в соляной кислоте, не содержащей мышьяка, опускают спираль из алюминиевой проволоки и закрывают банку пробкой со вставленными в нее трубками, содержащими уксусносвинцовую бумагу и стеклянную вату, смоченную $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$, и полоску бумаги, пропитанную HgCl_2 . Через 40 мин. окрашенную полоску бумаги, вынимают, погружают в расплавленный парафин и сравнивают со стандартной шкалой.

Для производства испытаний необходимы следующие приборы и реактивы:

а) Прибор для определения мышьяка по Гутцайту, состоящий из банки емкостью в 250 мл и двух вставленных в нее трубок с сужениями посредине.

б) Стандартный раствор мышьяковистой кислоты, служащий для приготовления стандартной шкалы окрасок. 1,32 г химически чистой As_2O_3 растворяют в 25 мл 20%-ного раствора едкого натра.

Раствор нейтрализуют разбавленной серной кислотой, переносят в литровую мерную колбу, добавляют 10 мл серной кислоты (пл. 1,84), разбавляют водой до метки и хорошо перемешивают. Взяв 10 мл этого раствора, переносят его в другую литровую мерную колбу и также разбавляют водой до 1 л. 1 мл полученного раствора будет содержать 0,01 мг As. Как NaOH, так и H_2SO_4 , применяемые для приготовления раствора, не должны содержать мышьяка.

в) Бумага, пропитанная сулемой. Лист фильтровальной бумаги средней плотности погружают в 3%-ный раствор хлорной ртути HgCl_2 , вынимают и высушивают, подвесив за два конца.

Когда бумага высохнет, нижнюю ее часть шириной в 3 см отрезают и отбрасывают. Остальной кусок разрезают на полоски длиной в 10 см и шириной в 5 мм и сохраняют их в банках с хорошо притертыми пробками.

г) Стандартная шкала окрасок. Помещая в банку прибора последовательно 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60 и 70 мл раствора мышьяковистой кислоты, добавляют каждый раз по 100 мл HCl (1:4), 2 мл раствора железных квасцов, 0,5 мл насыщенного раствора SnCl_2 , доводят до 200 мл горячей водой (70—80°), опускают алюминиевую спираль и закрывают банку пробкой со вставленной в нее верхней частью прибора. Через 40 мин. вынимают бумажную полоску из верхней трубки с готовым пятном.

Таким образом, получается шкала из восьми окрашенных бумажных полосок, отвечающих содержанию 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 и 0,7 мг мышьяка. Чтобы сохранить полученные окраски на сравнительно долгий срок, бумажные полоски погружают окрашенной частью в расплавленный парафин, вынимают, наклеивают на лист белой бумаги и, свернув лист в трубку, помещают его в широкую пробирку, на дне которой под слоем стеклянной ваты находится фосфорный ангидрид. Пробирку плотно закрывают пробкой и сохраняют в темноте. В этих условиях шкала сохраняется довольно долго, не выцветая. Можно сейчас же по приготовлении шкалы рисовать ее акварельными красками и пользоваться для сравнения полученным рисунком.

Наконец, поскольку окрашенные части отличаются одна от другой больше длиной своей, чем густотой окраски, можно записать длину каждого цветного пятна в миллиметрах.

Шкалу с каждой новой партией фильтровальной бумаги надо готовить наново, так как от качества бумаги зависит длина пятен.

д) Раствор железных квасцов или хлорного железа, 10 мл которого содержит 0,5 г Fe_2O_3 .

е) Уксуснокислый свинец. Приготавливают 1%-ный раствор, добавляя столько уксусной кислоты, чтобы раствор стал прозрачным.

ж) Соляная кислота (1:4). Обычную соляную кислоту (пл. 1,19) разбавляют равным объемом воды, прибавляют бертолетову соль (около 0,5 г на 1 л) и перегоняют из реторты, пропуская пары через холодильник. Дистиллят разбавляют еще водой так, чтобы получился объем, в 5 раз превышающий взятый объем HCl (пл. 1,19). (Если имеется соляная кислота без мышьяка, ее можно, конечно, сразу разбавить 1:4, не перегоняя.)

з) Спираль из алюминиевой проволоки. Отвешивают по 1,5 г алюминиевой проволоки диаметром в 1 мм и приготавливают из этих отрезков спирали, обертывая проволоку вокруг стеклянной трубки диаметром в 20 мм.

и) Насыщенный раствор хлористого олова должен быть приготовлен раствором SnCl_2 в соляной кислоте, не содержащей мышьяка.

к) Бумага, пропитанная $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$, для улавливания H_2S . Листы фильтровальной бумаги пропитывают 1%-ным раствором уксуснокислого свинца, сушат и нарезают на куски 7×5 см.

XLII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ СУЛЬФИТА НАТРИЯ

1. Определение сернистокислого натрия. Около 12 г сульфита (точная навеска) растворяют в свежепрокипяченной и охлажденной воде в мерной колбе на 500 мл, дополняют водой до метки и хорошо перемешивают.

В эрленмейеровскую колбу, в которую внесено 50 мл 0,1N раствора иода и 25 мл 0,1N раствора серной кислоты, прибавляют пипеткой 25 мл раствора сульфита.

Затем избыток иода оттитровывают 0,1N раствором гипосульфита, прибавляя в конце титрования раствор крахмала.

1 мл 0,1N раствора иода соответствует 0,0126 г $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Процентное содержание $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ вычисляется по формуле:

$$\frac{0,0126 (50 k - ak_1) \cdot 100 \cdot 20}{b} = \frac{25,2 (50 k - ak_1)}{b},$$

где a — число миллилитров раствора гипосульфита, пошедших на обратное титрование,

k — коэффициент для приведения раствора иода к точно 0,1N,

k_1 — такой же коэффициент для раствора гипосульфита,

b — навеска сульфита.

Примечание. Определение $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ в сульфите нужно производить немедленно после растворения навески, так как сульфит натрия в растворе способен довольно быстро окисляться.

2. **Определение углекислого натрия.** К 25 мл указанного выше (см. п. 1) раствора сульфита прибавляют 5—10 мл 3%-ной нейтральной перекиси водорода, затем вносят 2—3 капли метилоранжа и титруют 0,1N раствором серной кислоты.

1 мл 0,1N раствора серной кислоты соответствует 0,0143 г $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

Процентное содержание $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ вычисляют по формуле:

$$\frac{a \cdot 0,0143 \cdot 100 \cdot 20}{b},$$

где a — число миллилитров 0,1N раствора H_2SO_4 , израсходованное на титрование,

b — навеска сульфита.

Примечания. 1. Если перекись водорода имеет кислую реакцию, то ее предварительно нейтрализуют раствором NaOH в присутствии метилоранжа.

2. Чтобы убедиться в полноте окисления, прибавляют после титрования еще немного перекиси водорода и наблюдают, не образуется ли свободная кислота. Последнюю оттитровывают 0,1N раствором едкого натра и пошедшее число миллилитров вычитают из числа миллилитров израсходованного 0,1N раствора серной кислоты.

3. **Определение железа.** 2 г сульфита растворяют в небольшом количестве воды, прибавляют соляной кислоты и выпаривают досуха на водяной бане.

Сухой остаток смачивают соляной кислотой и растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу на 1 л, доводят до метки и хорошо перемешивают.

Из мерной колбы отбирают пипеткой 20 мл раствора, прибавляют 0,5 мл не содержащей железа азотной кислоты (пл. 1,2), кипятят, охлаждают и переносят в цилиндр с притертой пробкой на 100 мл. Туда же прибавляют 0,5 мл 20%-ной серной кислоты, 8 мл 30%-ного раствора роданистого аммония, 20 мл изоамилового спирта, доводят водой объем содержимого до 90 мл и хорошо взбалтывают.

В другой такой же цилиндр берут те же количества воды, азотной и серной кислот, роданистого аммония и спирта и из бюретки прибавляют до уравнения окраски слоев спирта в обоих цилиндрах типовой раствор железа, содержащий в 1 мл количество Fe_2O_3 , соответствующее 0,01 мг FeO.

Сравнение окрасок производится каждый раз после взбалтывания содержимого обоих цилиндров.

Равенство объемом в цилиндрах поддерживают прибавлением воды.

Процентное содержание FeO вычисляют по формуле:

$$\frac{0,05 \cdot a}{b},$$

где a — число миллилитров израсходованного типового раствора железных квасцов,

b — навеска.

Примечание. Для приготовления типового раствора Fe_2O_3 растворяют 0,671 г железных квасцов в воде, подкисленной 4 мл серной кислоты (пл. 1,84), и доводят водой до 1 л. 10 мл этого раствора доводят водой до 100 мл. 1 мл последнего (разбавленного) содержит Fe_2O_3 в количестве, соответствующем 0,01 мг FeO.

4. **Определение нерастворимого остатка.** 50 г сульфита растворяют в дистиллированной воде, фильтруют через беззольный фильтр и хорошо промывают водой.

Фильтр с осадком сжигают, прокаливают и взвешивают.

XLIII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ГИПОСУЛЬФИТА

1. **Определение серноватистокислого натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.** Приготавливают раствор из 11 г гипосульфита (для безводной соли — 8 г) в мерной колбе на 500 мл в предварительно хорошо прокипяченной и охлажденной дистиллированной воде. Отбирают пипеткой 25 мл раствора в эрленмейеровскую колбу емкостью в 300 мл, приливают 10 мл нейтрального 40%-ного формалина, нейтрализованного по фенолфталеину, и, закрыв пробкой колбу, дают постоять 5 мин., затем приливают 10 мл 10%-ной уксусной кислоты и 25 мл 0,1N раствора йода. Избыток йода оттитровывают 0,1N раствором гипосульфита.

1 мл 0,1N раствора йода соответствует 0,01581 г гипосульфита.

Содержание $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{a \cdot 0,01581 \cdot 500 \cdot 100}{25 c} = \frac{31,62 a}{c} = A,$$

где a — число миллилитров йода, израсходованное на титрование 25 мл гипосульфита,

c — навеска гипосульфита.

Содержание $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ определяют по формуле:

$$\frac{A \cdot 248}{158}.$$

В случае, если кристалл несколько выветрился и содержание влаги, определенное по п. 2 настоящего раздела, меньше, чем вычисленное по формуле $\frac{A \cdot 90}{158}$,

содержание кристаллической соли $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ определяют суммированием найденного титрованием количества безводной соли $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и найденного прямым определением количества влаги.

2. **Определение содержания общей влаги.** Определение влаги производится по способу дистилляции в приборе Дина и Старжа. Навеску гипосульфита около 20 г помещают в колбу А, наливают 50 мл высушенного над хлористым кальцием ксилола, соединяют колбу с ловушкой для воды В и холодильником С, нагревают на асбестовой сетке, сначала на небольшом пламени горелки, и доводят до кипения. После 1,5—2 час. кипения увеличивают пламя горелки и медной проволокой с каучуком на конце снимают приставшие к стенкам холодильника капли воды. Прекращают кипение, дают прибору охладиться, разъединяют ловушку с холодильником, снимают проволокой с каучуком приставшие к стенкам ловушки (в слое ксилола) капли воды и производят отсчет.

$$\% \text{ влаги} = \frac{a \cdot 100}{b},$$

где a — число миллилитров воды в ловушке,

b — навеска гипосульфита.

Примечание. Точность определения $\pm 0,5\%$.

3. **Определение железа Fe_2O_3 .** Навеску гипосульфита в 20 г растворяют в 100—180 мл воды, прибавляют 8—10 мл серной кислоты, нагревают до кипения и на небольшом пламени горелки упаривают до полного удаления SO_2 . Затем отфильтровывают выпавшую серу и промывают горячей водой. К фильтрату прибавляют 1 мл HNO_3 (уд. вес 1,2), затем кипятят несколько минут, охлаждают, переводят в мерную колбу на 250 мл, доводят водой до метки и хорошо перемешивают. 10 мл полученного раствора помещают в цилиндр на 100 мл с притертой пробкой, прибавляют 10 мл 10%-ного раствора роданистого аммония, 0,5 мл азотной кислоты (уд. вес 1,2), не содержащей железа, 0,5 мл 20%-ной

серной кислоты, также не содержащей Fe, и 10 мл изоамилового спирта и хорошо перемешивают.

В другой такой же цилиндр прибавляют те же количества азотной и серной кислоты, роданистого аммония и изоамилового спирта, из бюретки приливают типовой раствор железа (1 мл содержит 0,00001 г Fe_2O_3) до уравнивания окраски слоев жидкостей в обоих цилиндрах. Равенство объемов в обоих цилиндрах поддерживается прибавлением воды. Перед сравнением хорошо взбалтывают оба цилиндра. В случае слишком интенсивной окраски спиртового слоя анализируемый раствор сильнее разбавляют.

Примечания. 1. В случае отсутствия изоамилового спирта можно пользоваться серным эфиром, при этом не взбалтывают, а осторожно перемешивают жидкости переворачиванием несколько раз цилиндра.

2. Для приготовления типового раствора железа растворяют 0,604 г химически чистых железозаммонийных квасцов в воде, к которой прибавлено 4 мл серной кислоты (уд. вес 1,84), и доводят водой до 1 л (растворение ведут в мерной колбе). 10 мл этого раствора переводят в мерную колбу на 100 мл и доводят водой до метки. 1 мл последнего (разбавленного) раствора содержит 0,00001 г Fe_2O_3 .

Разбавленный раствор годен только в течение 1—2 суток после его приготовления.

Содержание Fe_2O_3 (в процентах) вычисляют по формуле:

$$\frac{0,00001 a \cdot 250 \cdot 100}{10 b} = \frac{0,025 a}{b},$$

где a — число миллилитров типового раствора железозаммонийных квасцов,

b — навеска гипосульфита.

4. Реакция на содержание сернистого натрия. 1 г гипосульфита растворяют в 10 мл воды и прибавляют 0,5 мл щелочного раствора окиси свинца. В течение 1 мин. не должно быть никакого потемнения.

Примечание. Щелочный раствор окиси свинца готовят прибавлением 10%-ного раствора NaOH к 10%-ному раствору уксуснокислого свинца до растворения выпавшего осадка.

5. Определение нерастворимого остатка. Навеску гипосульфита около 20 г растворяют в 200 мл воды и фильтруют через беззольный фильтр, промывают несколько раз горячей водой до исчезновения реакции на гипосульфит; осадок с фильтром сушат, сжигают в тигле и прокаливают до постоянного веса.

XLIV. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ КВАСЦОВ

1. Определение нерастворимого остатка. Точную навеску квасцов (около 20 г) растворяют в возможно малом количестве горячей дистиллированной воды, раствор фильтруют через взвешенный стеклянный фильтр-тигель и промывают горячей водой до исчезновения реакции с хлористым барием в промывных водах. Фильтр-тигель высушивают при 130° и взвешивают. Фильтрат переводят в мерную колбу на 500 мл, доводят до метки и сохраняют для определения Al_2O_3 .

2. Определение окиси алюминия. Из мерной колбы на 500 мл (см. п. 1) берут пипеткой 25 мл в стакан емкостью около 400 мл, прибавляют 3 капли азотной кислоты (уд. вес 1,4), нагревают до кипения, прибавляют около 150 мл горячей воды, 5 г сухого химически чистого хлористого аммония, несколько капель 0,2%-ного спиртового раствора метилроta, снова нагревают до кипения и осторожно, по каплям, прибавляют 10%-ный аммиак до тех пор, пока раствор не станет желтым. Кипятят 1—2 мин. и немедленно фильтруют через беззольный фильтр. Промывают осадок горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония, к которому прибавлено несколько капель аммиака, до исчезновения реакции на хлор в промывных водах; осадок растворяют на фильтре горячей разбавленной соляной кислотой, собирая раствор в тот же стакан, в котором произошло первое осаждение, доводят примерно до 150 мл, прибавляют 2—3 г химически чистого хлористого аммония, несколько капель метилроta, туда же бросают фильтр, на котором фильтровался первый осадок гидрата окиси алюминия, разбалтывают его стеклянной палочкой в кашу, раствор нагревают до кипения и снова осаждают аммиаком, как указано выше. Снова фильтруют через без-

зольный фильтр, промывают тем же раствором NH_4NO_3 , сушат фильтр с осадком в сушильном шкафу и затем сильно прокаливают в платиновом тигле, лучше на паяльной горелке. По охлаждении тигля в эксикаторе над серной кислотой взвешивают. Взвешивание производится быстро, тигель должен быть закрыт крышкой. Прокаливание ведут до постоянного веса. Процент Al_2O_3 вычисляют по формуле:

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{2000 \cdot a}{b},$$

где a — вес Al_2O_3 ,

b — навеска квасцов.

3. Определение содержания железа в пересчете на окись. Необходимый реактив (1) — раствор железосаммонийных квасцов в количестве 6,039 г в 1 л 1%-ной серной кислоты, что соответствует 1 г окиси железа.

Навеску квасцов в 25 г растворяют в возможно малом количестве воды, прибавляют 1 мл крепкой азотной кислоты (уд. вес 1,4), не содержащей железа, нагревают несколько минут для окисления железа и доводят объем до 100 мл.

Определение ведут в двух мерных цилиндрах A и B емкостью в 50 мл, с делениями до 0,5 мл, снабженных притертыми пробками. В цилиндр A наливают произвольное количество (например, 1 мл) раствора 1, разбавленного перед испытанием водой в отношении 1:100, а в цилиндр B наливают равное количество дистиллированной воды. В оба цилиндра прибавляют по 5 мл 10%-ного раствора роданистого калия и по 10 мл эфира или амилового алкоголя; тщательно взбалтывают цилиндр A до исчезновения окраски в водной фазе и прибавляют по каплям, все время взбалтывая, в цилиндр B исследуемый раствор до тех пор, пока эфирные или алкогольные фазы в цилиндрах не будут иметь одинаковой окраски. Равенство объемов в обоих цилиндрах поддерживают путем прибавления в цилиндр A разбавленной азотной кислоты (1:50).

Подсчет. В цилиндр A налито a мл разбавленного раствора 1, в цилиндр B налито b мл испытуемого раствора.

Тогда процент окиси железа равен:

$$\frac{0,00001 \cdot a \cdot 100 \cdot 100}{b \cdot 25} = \frac{0,1 \cdot a}{b \cdot 25}.$$

СОДЕРЖАНИЕ

Глава первая. Материалы для изготовления иллюстрационных печатных форм

I. Литографские камни	3	IV. Травящие и очищающие растворы	23
II. Цинк и алюминий	10	V. Литографские тушь и карандаши	31
III. Материалы для шлифования плоских печатных форм	18	VI. Резиновое полотно	35

Глава вторая. Вспомогательные средства для печати

I. Полиграфические лаки	40	II. Пасты и другие вспомогательные средства	41
-----------------------------------	----	---	----

Глава третья. Органические вещества

I. Битумы и асфальты	45	V. Морские губки	53
II. Смолы	47	VI. Парафин	54
III. Гуммиарабик	51	VII. Вазелин	56
IV. Декстрин	52	VIII. Воск пчелиный	58

Глава четвертая. Светочувствительные материалы

В. В. Пуськов

I. Особенности испытания светочувствительных материалов	60	III. Фотобумага	85
II. Фотографические пластинки и пленки	75	IV. Коллоидные слои	87
		V. Химикалии для коллоидного процесса	88

Глава пятая. Белковые вещества, применяемые для изготовления копировальных слоев

I. Альбумины	90	III. Применение белковых веществ в копировальных слоях	98
II. Клей	92		

Глава шестая. Проявляющие и фиксирующие вещества

I. Проявляющие вещества	101	II. Фиксирующие вещества	112
-----------------------------------	-----	------------------------------------	-----

Глава седьмая. Кислоты

I. Серная кислота	118	VI. Уксусная кислота	134
II. Азотная кислота	124	VII. Шафелева кислота	137
III. Соляная кислота	128	VIII. Лимонная кислота	138
IV. Ортофосфорная кислота	130	IX. Растворы кислот	139
V. Борная кислота	132	X. Хранение кислот и щелочей	140

Глава восьмая. Щелочи

I. Натрий едкий	142	IV. Углекислый натрий	151
II. Калий едкий	147	V. Углекислый калий	153
III. Аммиачная вода	149	VI. Растворы щелочей	155

Глава девятая. Соли

I. Бромистый калий	156	XI. Сернокислое закисное железо	167
II. Цианистый калий	158	XII. Железосинеродистый калий	169
III. Двухромовокислый калий	159	XIII. Сернокислая медь	170
IV. Двухромовокислый аммоний	161	XIV. Сернистокислый натрий	172
V. Хлористый аммоний	162	XV. Серноватистокислый натрий	174
VI. Бромистый аммоний	163	XVI. Алюмокалиевые квасцы	176
VII. Иодистый аммоний	164	XVII. Мел	179
VIII. Иодистый калий	165	XVIII. Магнезия	—
IX. Хлористый кальций	—	XIX. Тальк	180
X. Азотнокислое серебро	166		

Глава десятая. Методы испытания полиграфических материалов

I. Методы испытания литографских камней	184	XXV. Методы испытания аммиачной воды	219
II. Методы испытания резинового полотна	187	XXVI. Методы испытания едкого натра	—
III. Методы испытания полиграфических лаков	—	XXVII. Методы испытания едкого калия	220
IV. Методы испытания парафина	190	XXVIII. Методы испытания кальцинированной соды	—
V. Методы испытания вазелина	192	XXIX. Методы испытания поташа	—
VI. Методы испытания магнезии жженой	193	XXX. Методы испытания бромистого калия	221
VII. Методы испытания битумов	197	XXXI. Методы испытания технического хромпика	225
VIII. Методы испытания канифоли	198	XXXII. Методы испытания двухромовокислого аммония	—
IX. Методы испытания фотобумаги	199	XXXIII. Методы испытания хлористого аммония	226
X. Методы испытания коллодия	200	XXXIV. Методы испытания бромистого аммония	—
XI. Методы испытания спирта	—	XXXV. Методы испытания иодистого аммония	227
XII. Методы испытания эфира серного	—	XXXVI. Методы испытания иодистого калия	—
XIII. Методы испытания гидрохинона	201	XXXVII. Методы испытания хлористого калия	—
XIV. Методы испытания метола	202	XXXVIII. Методы испытания азотнокислого серебра	228
XV. Методы испытания парааминофенола	203	XXXIX. Методы испытания железного купороса	230
XVI. Методы испытания глицина	—	XL. Методы испытания красной кровяной соли	231
XVII. Методы испытания серной кислоты	204	XLI. Методы испытания медного купороса	232
XVIII. Методы испытания азотной кислоты	207	XLII. Методы испытания сульфата натрия	234
XIX. Методы испытания соляной кислоты	208	XLIII. Методы испытания гипосульфита	236
XX. Методы испытания фосфорной кислоты	209	XLIV. Методы испытания квасцов	237
XXI. Методы испытания борной кислоты	213		
XXII. Методы испытания уксусной кислоты	214		
XXIII. Методы испытания щавелевой кислоты	216		
XXIV. Методы испытания лимонной кислоты	218		

Редактор И. П. Магидович

Подписано к печати 13/III 1941 г. Объем 15 печ. л. Знаков в печ. л. 47,2 тыс.
 Авт. л. 18,1. Заказ типографии № 4648. Тираж 2000 экз. Л 11144.
 Цена 6 р. 25 к. Переплет 2 р. 50 к.

1-я тип. Гизлегпрома, Ленинград, ул. 3-го Июля, 55