

Р 1.2799

На дом
не выдается

Орлов, Е. И.
Технический
анализ.
Вып. 2.
М., 1899.

ТЕХНИЧЕСКІЙ АНАЛИЗЪ.

ОБОРУДОВАНИЕ ЗАВОДСКИХЪ ЛАБОРАТОРІЙ

и способы изслѣдованія заводскихъ, фабричныхъ и сельско-хозяйственныхъ продуктовъ.

Выпускъ II-й.

(Съ 10 рис. и 12 таблицами).

АНАЛИЗЫ ПО КРУПНО-ЗАВОДСКОЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ.

Составилъ Є. И. Орловъ.

Преподаватель и руководитель работъ въ химическихъ мастерскихъ Костром.-Химико-техническаго училища имени Θ В. Чижова.

2

Цена 60 коп.



Издание К. И. Тихомирова.

Комиссіонера ИМПЕРАТОРСКАГО Московскаго Общества Сельскаго Хозяйства и Московской Комиссіи народныхъ чтеній.

Москва, книжные магазины: Кузнецкій мостъ и Никольская ул., д. Славянскаго Базара.

1899.

ТЕХНИЧЕСКІЙ АНАЛИЗЪ.

ОБОРУДОВАНИЕ ЗАВОДСКИХЪ ЛАБОРАТОРІЙ

И СПОСОБЫ ИЗСЛѢДОВАНІЯ ЗАВОДСКИХЪ, ФАБРИЧНЫХЪ И СЕЛЬСКО-ХОЗЯЙ-
СТВЕННЫХЪ ПРОДУКТОВЪ.

В ы п у с к ъ II - й.

(Съ 10 рис. и 12 таблицами).

АНАЛИЗЫ ПО КРУПНО-ЗАВОДСКОЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ.

Составилъ **Е. М. Орловъ.**

Преподаватель и руководитель работъ въ химическихъ мастерскихъ Костром.-Химико-
техническаго училища имени. **Θ В. Чижова.**

Цѣна 60 коп.

ПРОВЕРЕНО
1952

12709

Провер. 1935



Изданіе **К. И. Тихомирова**

Комиссіонера **ИМПЕРАТОРСКАГО** Московскаго Общества Сельскаго Хозяйства и
Московской Комиссіи народныхъ чтеній.

Москва, книжные магазины: Кузнецкій мостъ и Никольская ул., д. Славянскаго Базара.

Дозволено цензурою. Москва, 9 октября 1899 года.



Свой скромный трудъ

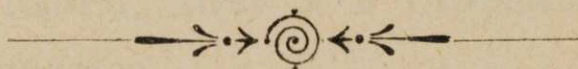
Авторъ посвящаетъ

ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

ИМПЕРАТОРСКАГО

МОСКОВСКАГО УНИВЕРСИТЕТА

въ лицъ бывшихъ руководителей—профессоровъ и лаборантовъ,
а также въ лицъ бывшихъ своихъ товарищей.



ПРЕДИСЛОВІЕ.

2-й выпускъ издаваемого Техническаго анализа содержитъ III и IV главы и обнимаетъ анализы по крупно-заводской химической промышленности (Gross-Industrie); къ послѣдней я причисляю производства: кромѣ сѣрно-кислаго, солянокислого, сульфатное, содовое—по Леблану и амміачное, натріевъ алюминатъ, добываніе хлора, хлорной извести, бертолетовой соли, нитрита, бисульфита, нѣкоторыхъ перекисей, поташа и хромпика. Напередъ извиняюсь за возможные въ книгѣ промахи и неровность слога, такъ какъ спѣшность работы, вызываемая желаніемъ поскорѣе составить подходящій учебникъ для занятій въ мастерскихъ училища по техническому анализу, при другихъ моихъ обязанностяхъ по службѣ,—могла отразиться на слогѣ, хотя я и старался излагать все съ одинаковой ясностью.

Въ дополненіе къ приведенной мною въ 1-мъ выпускѣ научной литературѣ, которой я пользовался при составленіи разныхъ главъ издаваемого мною „Техническаго анализа“, я упомяну еще слѣдующія книги:

L. Campredon. Guide pratique du chimiste métallurgiste et de l'essayeur. Paris 1898.

II.

P. Heermann. Färbereichemische Untersuchungen.

Mercier. Guide pratique pour l'analyse des urines. 2-te édition.

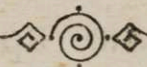
A. Vivier. Analyse et essai des matières agricoles.

Salet. Agenda du Chimiste 1898.

Е. Орловъ.

Кострома

Х—Техническое училище имени *Θ. В. Чижова.*



1. Необходимые для заводской лабораторіи реактивы.

(Дополненіе къ перечисленнымъ въ первомъ выпускѣ *Технич. анализа*, стр. 64).

Хлорная известь. Calcium hypochlorosum. Растворъ 1 ч. на 10 ч. воды. Слить прозрачную жидкость.

Индиговый растворъ, готовится раствореніемъ 1 ч. индиго въ порошокъ въ 4 ч. дымящейся сѣрной кислоты. Полученная индиготинъ-ди-сульфо-кислота разводится водою (1 ч. на 20 ч.), фильтруется и хранится для употребленія въ стклянкѣ.

Желѣзный купоросъ, $FeSO_4 + 7H_2O$. Ferrum sulfuricum oxudul. purum.

Двойная соль сѣрно-желѣзисто-амміачная или соль Мора, $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 + 12H_2O$, Ferro-ammonium sulfuricum.

Мышьяковистый ангидридъ. Acidum arsenicosum purum pulveratum, As_2O_3 .

Мѣдный купоросъ, $CuSO_4 + 5H_2O$. Cuprum sulfuricum purum.

Хлорная платина, $PtCl_4 + 8H_2O$. Platinum chloratum sicc. (Chlorid).

Красная кровяная соль, желѣзо-синеродистый калий, $K_6Fe_2CN_{12}$. Ferri-kalium cyanatum purum. 10%-ный растворъ.

Тѣдкій баритъ, гидратъ окиси барія, $Ba(OH)_2$, Barium hydricum purissim. Растворяютъ 1 ч. барита на 20 ч. воды.

Фосфорно-кислый натръ. Natrium phosphoricum purum $Na_2HPO_4 + 12H_2O$. Приготовляютъ 10%-ный растворъ соли.

Возстановленное желѣзо. Ferrum hydrogenio reductum purissimum.

Иодисто-калиевая крахмальная бумажка для обнаруженія присутствія хлора, хлорнаго желѣза.

Хлороформъ, CHCl_3 . Chloroformium puriss. уд. вѣсъ хлороформа 1,48. Онъ долженъ быть прозраченъ, какъ вода.

Абсолютный спиртъ. Spiritus vini puriss.

Лакмусъ, Lassa musica. Лакмусовъ настой: настаиваютъ 1 ч. продажнаго лакмуса съ 6 ч. воды, полученный растворъ фильтруютъ; фильтратъ дѣлятъ на 2 равныя части; одну часть окрашиваютъ въ красный цвѣтъ, помѣшивая жидкость стеклянной палочкой, смоченной разведенною H_2SO_4 до тѣхъ поръ, пока цвѣтъ жидкости не станетъ красноватый, затѣмъ прибавляютъ вторую половину синей жидкости.

Фенолъ-фталейнъ. Phenolphthaleinum. 1 ч. на 100 ч. 90%-наго спирта. Въ мастерскихъ химико-техническаго училища я употреблялъ вмѣсто виннаго спирта 95%-ный древесный спиртъ.

Метилъ-оранжъ. 1 ч. въ 1000 ч. дистиллированной воды.

Сѣроводородный растворъ. Hydrogenium sulfuratum. H_2S пропускаютъ въ дистиллированную воду до полного насыщенья.

Сѣрнистая кислота. Acidum sulfurosum.

Щелочный цинковый растворъ (въ анализѣ содоваго плава для отдѣленія Na_2SO_3 отъ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Приготовляютъ осажденіемъ изъ цинковаго купороса ѣдкимъ натромъ $\text{Zn}(\text{OH})_2$ — (гидрата) и его раствореніемъ въ ѣдкомъ натрѣ или кали.

Фенацетолинъ. Phenacetolinum. Индикаторъ въ анализѣ каустической соды.

Кислый сѣрнокислый калий, KHSO_4 . Kalium bisulfuricum purum.

Средняя хромово-калиевая соль, K_2CrO_4 Kalium chromicum flavum purissimum. Индикаторъ.

Мышьяково-натровая соль, $\text{Na}_2\text{HAsO}_4 + 12\text{H}_2\text{O}$, Natrium arsenicum. Индикаторъ.

Перекись водорода, H_2O_2 , Hydrogenium peroxydatum medicinale.

Перекись натрія, Na_2O_2 . Natrium peroxydatum.

Пиросурьмяно-кислый калий, $\text{K}_4\text{Sb}_2\text{O}_7$, Kalium pyrostibicum purum.

Винная кислота, $C_4H_6O_6$, Acidum tartaricum purum.
Кислый винно-кислый калий $C_4H_5KO_6$. Kalium bitartaricum purum.

Бура, безводная, $Na_2B_4O_7$ Natrium biboricum.

Химически-чистый поташъ, K_2CO_3 . Kalium carbonicum purissimum.

2. Необходимые для заводской лабораторіи приборы, аппараты и прочія вещи.

Дополненіе къ перечисленнымъ въ 1-мъ выпускъ вещамъ.

Платиновый тигель съ крышкой	1 шт.
Платиновая чашка	1 „
Пикнометръ (или вѣсы Мора)	1 „
Крутидонныя колбы	3 „
Шариковая трубка (см. анализъ селитры по способу Кьелдаля-Ульша).	2 „
Дополнительная стеклянка въ газъ-волюметру Люнге (см. рис. 8)	1 „
Пипетка съ широкимъ носикомъ.	1 „
Жельзная трубка (опредѣленіе цианистыхъ соединений въ содовомъ плавлѣ)	1 „
Жельзная чашка	1 „
Фарфоровая чашка	1 „
Аппаратъ Бунзена для анализа MnO_2 и NH_3 (см. рис. 7 и 4)	1 „
Азотометръ Кнопа (см. рис. 5)	1 „
Приборъ Флеминга-Старка (см. рис. 10)	1 „
Холодильникъ Либиха для аппарата Шлезинга. (см. рис. 2)	1 „

3. Необходимые титрованные растворы:

$\frac{1}{10} AgNO_3$; $\frac{1}{10} HCl$; $\frac{1}{10} KOH(NaOH)$; $\frac{1}{2} NH_3$;
 $\frac{1}{2} KMnO_4$; $\frac{1}{10} KMnO_4$; $\frac{1}{10} J$; $\frac{1}{10} Na_2S_2O_3$; $\frac{1}{2} C_2H_2O_4$;
 $\frac{1}{5} C_2H_2O_4$; $\frac{1}{2} HCl$; $\frac{1}{5} HCl$; $\frac{1}{10} As_2O_3$; $\frac{1}{1}$ норм. $C_2H_2O_4$;
 $\frac{1}{1}$ нор. HCl ; $\frac{1}{1}$ норм. $NaOH$.

Глава III.

Солянокислѣе, сульфатное и содовое производства.

Анализъ поваренной соли.

Полный анализъ поваренной соли рѣдко требуется въ заводской практикѣ. Если соль постоянно берется изъ одного и того же рудника (мѣсторожденія), то въ большинствѣ случаевъ ограничиваются при анализѣ лишь опредѣленіемъ одной влажности, а при сухой чистой каменной соли можно обойтись и безъ этого. Въ прочихъ случаяхъ изслѣдованіе обращаютъ на сопутствующія породы, изъ которыхъ всего важнѣе гипсъ или ангидритъ. Рядомъ съ сѣрнокислымъ кальціемъ можно попробовать и на магнезію; излишекъ сѣрной кислоты надъ необходимымъ количествомъ извести и магнезіи перечисляется на сѣрнокислый натръ. Нерастворимаго остатка (глины и т. п.) въ заводской соли никогда не встрѣчается въ замѣтномъ количествѣ. На *калій*, *железо* приходится дѣлать пробу лишь въ исключительныхъ случаяхъ.

Для опредѣленія воды, умеренно и медленно нагреваютъ 5 гр. соли въ платиновомъ тиглѣ, при чемъ рекомендуютъ тигель прикрыть крышечкой съ цѣлью уменьшить потерю соли вслѣдствіе ея растрескиванія; подъ конецъ въ продолженіе нѣсколькихъ минутъ доводятъ тигель до слабого каленія. По Бекману, употребляя по возможности чистый платиновый тигель и все (т. е. штативъ, тигель

и горѣлку) ставя на листъ черной глянцеватой бумаги, потерю отъ растрескиванія можно уменьшить до 0,1 проц. Для заводскихъ анализовъ, при очень сырой соли, Бекманъ рекомендуетъ помѣстить навѣску (5 гр.) соли въ маленькую сухую коническую колбу, вмѣстимостью 250 куб. сант., протарированную вмѣстѣ со вставленной въ горло воронкой, и нѣсколько такихъ колбъ одновременно нагрѣвать на песчаной банѣ (40×20 сант.) до $140-150^{\circ}$; по прошествіи 3—4 часовъ, вся вода, считаемая за *влажность*, испарится и, при обратномъ взвѣшиваніи охладившихся колбъ, можетъ быть опредѣлена изъ разности. Затѣмъ, помѣстивъ колбу на проволоочную сѣтку, нагрѣваютъ еще сильнѣе для удаленія „химически связанной воды“; количество послѣдней часто бываетъ меньше 0,1 проц., рѣдко выше $\frac{1}{4}-\frac{1}{3}$ проц., поэтому послѣдняя операція считается въ практикѣ излишней.

Для опредѣленія хлора отфильтрованный растворъ, по прибавленіи чистой азотной кислоты, осаждаютъ азотно-кислымъ серебромъ и опредѣляютъ вѣсъ осѣвшаго хлористаго серебра; или еще скорѣе, хотя и не такъ точно, нейтральный растворъ, по прибавленіи нѣсколько капель средней хромокалиевой соли титруютъ $\frac{1}{10}$ —растворомъ азотнокислаго серебра до тѣхъ поръ, пока бѣлый въ началѣ осадокъ, послѣ продолжительнаго перемѣшиванія, не станетъ окрашиваться въ слабо, но замѣтно розовый цвѣтъ. Отъ израсходованнаго количества серебра отнимаютъ 0,2 куб. сант. на окрашиваніе и каждый кубич. сантиметръ прочаго количества принимается равнозначнымъ 0,00355 гр. *Cl* или 0,00585 гр. *NaCl*. Вотъ примѣръ объемнаго опредѣленія хлора въ каменной солп: на ручныхъ вѣсахъ отвѣшиваютъ около 10 гр. хорошо перемѣшанной пробы (средняя проба), навѣску сыпаютъ въ вѣсовую колбочку, на аналитическихъ вѣсахъ опредѣляютъ вѣсъ колбочки и вещества, высыпаютъ послѣднее въ стаканъ и снова взвѣшиваютъ колбочку. Разность двухъ взвѣшиваній—взятая навѣска.

По раствореніи навѣски, фильтруютъ растворъ соли черезъ небольшой фильтръ въ полулитровую колбу,

остатокъ тщательно промываютъ, доливаютъ колбу до мѣтки и перемѣшиваютъ содержимое перевортываніемъ колбы.

Берутъ пипеткой $\frac{1}{10}$ часть этого раствора и переливаютъ въ $\frac{1}{4}$ -литровую колбу, доливаютъ ее до мѣтки дистиллированной водой, перемѣшиваютъ, и пятую часть ея содержимаго употребляютъ для титрованія въ конической колбѣ.

Примѣръ:

вѣсовая колбочка + соль	56,2760
” ” — ”	46,0917
Навѣска соли	10,1843

Для титрованія мы употребили

$$\frac{10,1843}{10 \times 5} = 0,203686 \text{ гр}$$

На это количество израсходовано 34,2 куб. сант. серебрянаго раствора, что соотвѣтствуетъ содержанію въ $NaCl$

$$34,2 \times 0,00585 = 0,20007 \text{ гр.}$$

или 98,22%.

Если же мы отъ 34,2 куб. сант. отнимемъ 0,2 куб. сант. на окрашиванье, какъ рекомендуетъ Люнге, то имѣемъ:

$$34 \times 0,00585 = 0,1989, \text{ что}$$

соотвѣтствуетъ 97,6% $NaCl$.

Разница между обоими опредѣленіями составляетъ около 0,62 %.

Переходъ въ красный цвѣтъ гораздо замѣтнѣе съ мышь-яковымъ натромъ, чѣмъ съ хромовокислымъ калиемъ; здѣсь одна лишняя капля серебрянаго раствора становится уже замѣтной.

Для опредѣленія извести, въ случаѣ надобности, навѣску соли растворяютъ въ дистиллированной водѣ, немного разбавляютъ соляной кислотой и нагреваютъ для пере-

денія сѣрноокислаго кальція въ растворѣ, глину (песокъ) отшлифовываютъ, известь осаждаютъ амміакомъ и щавелево-кислымъ аммоніемъ, осадокъ послѣ сильнаго прокаливанія (свѣтлое каленіе) взвѣшиваютъ въ видѣ CaO , послѣднюю при расчетѣ перечисляютъ на $CaSO_4$ (1 ч. $CaO=2,4286 CaSO_4$). Изъ фильтрата магnezія осаждается въ видѣ фосфорнокислой амміачно-магnezіальной соли и перечисляется прежде всего на $MgSO_4$, а если сѣрной кислоты не достаетъ, то на $MgCl_2$.

Ж. и С. Wiernik рекомендуютъ сухую поваренную соль обработать абсолютнымъ спиртомъ (0,796 уд. вѣса), который растворяетъ лишь хлористый магній, обработку продолжаютъ до тѣхъ поръ, пока въ вытяжкахъ еще можно обнаружить присутствіе хлора, и отогнавъ спиртъ, опредѣляютъ магnezію или въ видѣ пирофосфорной соли или титрованіемъ азотнокислымъ серебромъ (на хлоръ). Что же касается до общаго количества MgO , хлора, сѣрной кислоты и извести, то эти составныя части опредѣляются обычнымъ способомъ (т. е. изъ воднаго раствора). Сѣрная кислота всего прежде перечисляется на известь, затѣмъ на избытокъ магнія надъ найденнымъ количествомъ при прямомъ опредѣленіи $MgCl_2$; остатокъ сѣрной кислоты перечисляютъ на Na_2SO_4 . Количество хлора, причитающееся на $MgCl_2$, отнимаютъ отъ общаго хлора и перечисляютъ остальной хлоръ на $NaCl$.

Окись желѣза и алюминія очень рѣдко встрѣчаются въ повар. соли въ сколько-нибудь значительныхъ количествахъ; а если онѣ есть на лицо, то ихъ опредѣляютъ въ солянокисломъ растворѣ; изъ послѣдняго отфильтровываютъ осадокъ, промываютъ послѣдній на фильтрѣ, растворъ осаждаютъ углекислымъ аммоніемъ, слѣдовательно, до опредѣленія извести въ видѣ щавелекислаго кальція. Лучше всего окись желѣза и алюминія взвѣсить одновременно; затѣмъ желѣзо опредѣлить въ особой, возстановленной чистымъ цинкомъ пробѣ, съ помощью хамелеона (растворомъ 1 гр. $KMnO_4$ въ литрѣ дистиллиров. воды).

Анализъ разсоловъ.

Въ разсолѣ обыкновенно опредѣляютъ: удѣльный вѣсъ, общій хлоръ, сѣрную кислоту, окись желѣза, окись алюминія, известь, магнезію, углекислоту. Кромѣ того, часто производятъ качественную пробу на кали, бромъ и іодъ; два послѣднія вещества количественно опредѣляются въ рѣдкихъ случаяхъ.

а) *Удѣльный вѣсъ*. Для его опредѣленія прибѣгаютъ къ пикнометру, вѣсамъ Мора (Вестфала) или ареометру Боме.

б) *Общій хлоръ* (перечисленный на хлористый натрій) 10 куб. сант. разсола разбавляютъ въ литровой колбѣ до 1000 куб. сант. и въ 25 куб. сант. опредѣляютъ хлоръ вѣсовымъ или объемнымъ путемъ. (см. раньше).

с) *Сѣрная кислота*. 50 куб. сант. разсола подкисляются нѣсколькими каплями соляной кислоты (при чемъ въ очень концентрированныхъ разсолахъ выдѣляется хлористый натрій), разбавляются 1—2-кратнымъ количествомъ воды и осаждаются при нагрѣваніи почти до кипѣнія хлористымъ баріемъ (также нагрѣтымъ до кипѣнія). Послѣ осажденія, кипяченіе продолжаютъ нѣсколько минутъ и оставляютъ жидкость въ покоѣ до полного осажденія на днѣ стакана сѣрнобаріевой соли. Прозрачную жидкость сливаютъ черезъ фильтръ, не трогая осадка, послѣдній нагрѣваютъ съ водой 2—3 раза, и всякій разъ прозрачную, отстоявшуюся жидкость декантируютъ черезъ тотъ же фильтръ. Передъ перенесеніемъ сѣрнокислаго барія на фильтръ, стаканчикъ, въ который стекаетъ фильтръ, рекомендуютъ перемѣнить, потому что въ случаѣ прохожденія черезъ фильтръ кристалловъ баріевой соли приходится снова профильтровать весь растворъ; полученный осадокъ промываютъ на фильтрѣ до тѣхъ поръ, пока въ промывныхъ водахъ перестанетъ переходить хлоръ.

Промытый и влажный фильтръ сначала сушится, потомъ переносится въ тигель, нагрѣваемый сначала съ крышкой, а потомъ безъ нея для сжиганія фильтра и окисленія части возстановленнаго сѣрнокислаго барія. Общія предосторожности опредѣленія барія (или сѣрной

в.) найдемъ въ „Аналитической химіи Меншуткина (§§ 115, 120. издание 8-е).

d) *Окись железа и алюминія*, 250 куб. сант. разсола нагрѣваются съ нѣкоторымъ количествомъ азотной к., осаждаются амміакомъ по прибавленіи хлористаго аммонія, происшедшій осадокъ отфильтровывается, и оба опредѣляемые вещества, находящіеся въ большинствѣ случаевъ въ очень незначительномъ количествѣ, взвѣшиваются одновременно. На железо можно испробовать отдѣльно, подкисливъ нѣкоторую часть изслѣдуемаго разсола азотной кислотой и прибавивъ нѣсколько капель роданистаго аммонія или калия.

e) *Известь*. Осаждается въ фильтрѣ d) щавелевокислымъ аммоніемъ и опредѣляется въ видѣ окиси (см. раньше); послѣдняя перечисляется на сѣрнокислый кальцій.

f). *Магнезія*. Филтратъ отъ щавелевокислой извести осаждается фосфорнокислымъ натріемъ и полученный осадокъ взвѣшивается въ видѣ пирофосфорнокислаго магнезія.

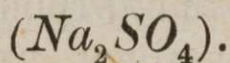
g) *Углекислота*. Къ $1\frac{1}{2}$ литру изслѣдуемаго разсола приливаютъ 1—2 капли метиль-оранжа (1 гр. пигмента въ 1000 ч. воды) и титруютъ $\frac{1}{10}$ нормальной соляной кислотой до появленія розоваго окрашиванія ($2HCl = 1CO_2$).

h) *Кали, бромъ и іодъ*. Качественная проба на эти три элемента производится слѣдующимъ образомъ: значительное количество разсола выпаривается до $\frac{1}{3}$ своего объема, выдѣлившаяся соль отдѣляется фильтрованіемъ или отсасываніемъ, филтратъ снова упаривается, выдѣлившаяся соль отфильтровывается, маточный разсолъ дѣлится на 2 ч. Въ первой—пробуютъ съ помощью раствора хлорной платины на калий, который осѣдаетъ въ видѣ желтаго кристаллическаго платината калия, другую часть смѣшиваютъ съ хлороформомъ и приливаютъ по каплямъ хлорной воды. Прежде всего выдѣляется іодъ, окрашивающій хлороформъ въ фіолетовой цвѣтъ, затѣмъ бромъ, который распознается по желто-коричневому окрашиванію слоя хлороформа.

О количественномъ опредѣленіи этихъ трехъ элементовъ здѣсь не будемъ касаться.

Сопоставленіе результатовъ анализа, см. дальше „Анализъ воды и топлива“, 3-й вып. технического анализа.

Анализъ сульфата.



Чистый сульфатъ — вполнѣ бѣлый кристаллическій порошокъ, въ дистиллированной водѣ долженъ растворяться безъ всякой мути, реагировать нейтрально, съ растворомъ серебра (послѣ подкисленія азотной кислотой) не показывать хлора, не давать осадковъ съ сѣроводородомъ, сѣрнистымъ аммоніемъ, углекислымъ натромъ или аммоніемъ, желтой кровяной солью. Технический сульфатъ изслѣдуется слѣдующимъ образомъ: опредѣляютъ постороннія составныя части, количество ихъ вычитаютъ изъ вѣса, взятаго для изслѣдованія сульфата, разность перечисляютъ на Na_2SO_4 .

1. Если дѣло идетъ объ анализѣ сульфата pro domo sua, для заводскихъ цѣлей (при чемъ часто довольствуются простой контрольной пробой), то изслѣдованіе производятъ слѣдующимъ образомъ: отвѣшиваютъ точно 20 гр. сульфата, навѣску растворяютъ въ 250 куб. сант. горячей воды, берутъ пипеткой 50 куб. сант. и, подцвѣтивъ настоемъ лакмуса или 2—3 каплями метил-оранжа, титруютъ нормальнымъ или $\frac{1}{10}$ норм. ѣдкимъ натромъ свободную кислоту, которая перечисляется на SO_3 (при этомъ каждый куб. сант. нормального натра соотвѣтствуетъ 1 проценту свободной кислоты).

Но свободной кислотой на самомъ дѣлѣ, кромѣ SO_3 , можетъ быть HCl , половина сѣрной кислоты въ $NaHSO_4$, далѣе кисло реагирующія сѣрножелѣзные или глиноземныя соли. *Вліяніе послѣднихъ на результаты анализа можно вполнѣ устранить, не прибавляя индикатора (лакмуса или метилъ-оранжа) и титруя нормальнымъ ѣдкимъ натромъ до появленія первыхъ хлопьевъ непронадающаго (неисчезающаго) при помѣшиваніи осадка; въ этотъ моментъ бываетъ насыщена дѣйствительно свободная и*

заклѣвающаяся въ $NaHSO_4$ кислота. Этотъ способъ не абсолютно точный, но для цѣлей практики вполне достаточный.

Хлористый натрій въ сульфатѣ опредѣляютъ, взявъ 50 куб. сант. вышеупомянутаго раствора пипеткой, усреднивъ точно тѣмъ же количествомъ нормальнаго натра, сколько его было употреблено на нейтрализацію свободной кислоты, прибавивъ нѣсколько капель раствора нейтральнаго хромовокислаго калия и титруя $\frac{1}{10}$ норм. растворомъ серебра до появленія краснаго цвѣта. Тогда $\frac{1}{10}$ -норм. растворъ $AgNO_3$ въ каждомъ кубич. сант. показываетъ 0,146 проц. $NaCl$; однако, Люнге рекомендуетъ отъ общаго количества израсходованныхъ куб. сант. отнимать 0,2 куб. сант. (см. поваренная соль). Для титрованія можно приготовить особый растворъ серебра, который содержитъ въ литрѣ 2,906 гр. $AgNO_3$ и показываетъ въ этомъ случаѣ 0,001 миллигр. $NaCl$ въ куб. сант.

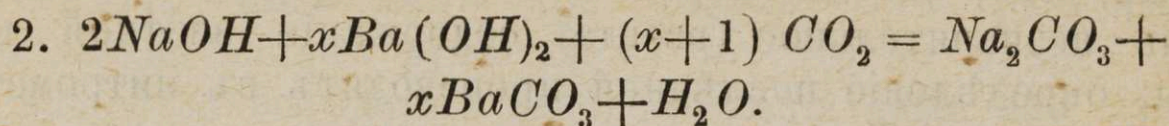
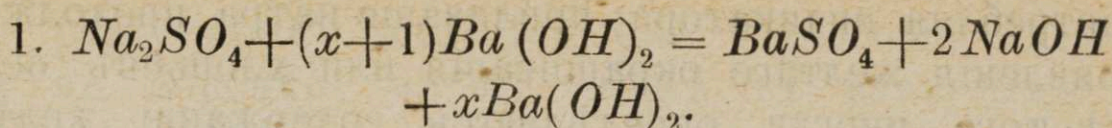
2. Полный анализъ сульфата или анализъ для продажи: отвѣшиваютъ на точныхъ вѣсахъ 10 гр. изслѣдуемаго образца, сушатъ при 100° , свободная кислота при этомъ не улетаетъ, отвѣшиваютъ; потеря перечисляется на воду. Растворяютъ 50 гр. сульфата и фильтруютъ въ литровую колбу; остатокъ промываютъ, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ.

Фильтратъ доводятъ водою до 1 л. Для опредѣленія свободной кислоты, отдѣляютъ пипеткой 300 куб. сант. и титруютъ $\frac{1}{2}$ нормальнымъ амміакомъ, приливая послѣдній до тѣхъ поръ, пока красная въ началѣ отъ лакмуса жидкость не посинѣетъ и изъ нея не начнетъ осаждаться гидратъ окиси желѣза; теперь прибавляютъ еще лакмусовой тинктуры и титруютъ обратно сѣрной кислотой до перехода жидкости въ красноватый цвѣтъ. Глиноземъ и окись желѣза опредѣляютъ, прибавляя къ 200 куб. сант. раствора хлорной или бромной воды, осаждая амміакомъ, фильтруя и т. д. Щавелевокислымъ аммоніемъ изъ фильтрата осаждается известь; осадокъ промывается, прокаливается, во время прокаливанія прибавляютъ 1—2 капли крѣпкой сѣрной кислоты, снова прокаливается до удале-

нія всякихъ слѣдовъ SO_3 , въ видѣ бѣлыхъ паровъ, и послѣ охлажденія въ эксикаторѣ надъ сѣрной кислотой взвѣшивается въ видѣ $CaSO_4$. Хлористый натрій опредѣляется обыкновенно титрованіемъ $\frac{1}{10}$ -нормальнымъ растворомъ $AgNO_3$; для титрованія берутъ пипеткою 100 куб. сант. сульфатнаго раствора, прибавляютъ 1—2 капли K_2CrO_4 и титруютъ. (Надо помнить, что титруемая жидкость должна быть вполне нейтральной, для этого ее предварительно нейтрализуютъ растворомъ буры).

Опредѣленіе воды, съ нагреваніемъ сульфата до 100° , де-Конинкъ считаетъ неточнымъ, потому что при этой температурѣ съ одной стороны еще упорно удерживается вода, а съ другой—кислый сѣрнокислый натръ дѣйствуетъ на поваренную соль и вытѣсняетъ соляную кислоту; поэтому онъ воду опредѣляетъ косвенно, нагревая 2 гр. сульфата въ закрытомъ платиновомъ тиглѣ до плавленія, при чемъ улетаютъ вода, сѣрная кислота и соляная к. По охлажденіи въ эксикаторѣ, остатокъ взвѣшиваютъ; такимъ образомъ опредѣляютъ общую потерю. Вычитая прежде всего изъ общей потери свободную кислоту и затѣмъ прибавляя на каждыя 11 в. ч. разложенной поваренной соли 25 в. ч. (для этого необходимо сдѣлать предварительный анализъ сульфата на содержаніе $NaCl$), такимъ образомъ на каждую 1 ч. $NaCl$ надо прибавить 0,214 ч., мы получимъ потерю, причитающуюся на влажность (воду).

Гросманъ растворяетъ 3,55 гр. сульфата въ колбѣ вмѣстимостью 500 куб. сант., прибавляетъ 30 куб. сант. насыщеннаго на холоду гидрата барія, доливаютъ колбу до мѣтки и взбалтываетъ, 250 куб. сант. прозрачной (свѣтлой) жидкости переливаетъ въ колбу, пропускаетъ чрезъ жидкость въ продолженіе 10 минутъ углекислоту и кипятитъ для разложенія двууглекислаго барія. Послѣ охлажденія, разбавляютъ до 500 куб. сант. и фильтруютъ. 250 куб. сант. фильтрата ($= \frac{1}{4}$ первоначальнаго количества) титруютъ нормальной кислотой. Происходящія реакціи при этомъ можно выразить слѣдующимъ равенствомъ.



Изъ равенства видно, что количество найденнаго титрованиемъ углекислаго натра эквивалентно взятому первоначально сѣрнокислому натру. Однако въ результатъ анализа надо ввести нѣкоторыя поправки, напр. поправку на содержаніе $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ въ баритѣ и поправку на объемъ осадка, такъ что опредѣленіе всѣмъ этимъ усложняется, и на самомъ дѣлѣ полученные результаты не столь вѣрны. Гросманъ въ своихъ опредѣленіяхъ всегда находилъ необъяснимую ошибку въ 1,3 ‰, которую онъ прибавлялъ къ найденному результату при вычисленіи. Люнге, описывая этотъ способъ, говоритъ: было бы желательно болѣе точное изслѣдованіе этого способа, такъ какъ въ его основѣ лежитъ допущеніе, что при этомъ опредѣляется лишь сѣрная кислота, связанная съ натромъ, но не свободная и связанная съ известью, желѣзомъ и глиноземомъ; такое допущеніе крайне упрощаетъ анализъ сульфата (въ случаѣ вѣрности).

Анализъ кислаго сульфата.

(Кислыхъ остатковъ отъ полученія азотной кислоты, называемыхъ „колабашкой“, „огарками“, „арканомъ“).

Въ кислотѣ сульфатъ опредѣляютъ для техническихъ цѣлей процентное содержаніе „свободной“ кислоты, чтобы потомъ вычислить, сколько поваренной соли слѣдуетъ употребить для переведенія кислаго сульфата въ нейтральный.

$$H = \frac{\text{NaHSO}_4}{2} = \frac{\text{SO}_3}{2} = \frac{80}{2} = 40; \text{ поэтому}$$

$\frac{1}{10}$ нормальный вѣсъ $\text{NaHSO}_4 = 4,00$ гр. SO_3 .

1. По Люнге, достаточно протитровать значительную среднюю пробу нормальнымъ вѣдкимъ натромъ, вовсе

не употребляя индикатора; приливаніе натра продолжаютъ до появленія желтаго окрашиванія или хлопьевъ осадка. Кромѣ того, иногда опредѣляютъ содержаніе желѣза и очень незначительное (всегда) содержаніе азотной кислоты; опредѣленіе послѣдней производятъ въ нитрометрѣ (см. I выпускъ Техническаго анализа).

2. По Винклеру тщательно приготовленная средняя проба, во избѣжаніе поглощенія воды, быстро измельчается и помѣщается въ стеклянную банку. Отвѣшиваютъ точно 4,00 гр. пробы, растворяютъ въ 250 куб. сант. воды, и 25 куб. сант. раствора ($=0,40$ гр. вещества), по прибавленіи метиль-оранжа титруютъ $\frac{1}{10}$ нормальнымъ ѣдкимъ кали (до перехода изъ краснаго чрезъ золотистый въ слабо-желтый цвѣтъ); напр., если для титрованія 25 куб. сант. раствора потрачено 28,8 куб. с. $\frac{1}{10}$ —нор. гидрата калия, то находимъ въ сульфатѣ 28,8% SO_3 .

Вмѣсто рекомендуемаго здѣсь метиль-оранжа индикаторомъ можно употреблять и феноль-фталейнъ.

Анализъ селитры.

Опредѣленіе азотнонатріевой соли ($NaNO_3$) въ чилійской селитрѣ, см. раньше I-й выпускъ Техническаго анализа.

Въ дополненіе къ ранѣе описанному способу я привожу другое опредѣленіе $NaNO_3$ въ селитрѣ, предложенное Ульшемъ и измѣненное Вёскманн'омъ.

Средній образчикъ истираютъ въ фарфоровой ступкѣ. Отвѣшиваютъ 20 гр. истертой соли, растворяютъ навѣску въ 1 л. воды, берутъ пипеткой 50 куб. сант. этого раствора ($=1$ гр. навѣски) и переливаютъ въ круглодонную объемистую колбу (вмѣстимостью 1 л.). Длина шейки колбы равняется приблизительно 10 сант., ея діаметръ $=2\frac{3}{4}$ —3 сант. Потомъ въ колбу всыпаютъ 1 гр. восстановленнаго желѣза (*Ferrum hydrogenio reductum*) и вливаютъ 20 куб. сант. разбавленной сѣрной к. (1 об.; 2 об.). Для предупрежденія потери отъ разбрызгиванія помѣщаютъ въ шейку колбы обыкновенную воронку или

трубку, раздутую въ шаръ (см. рис. 1.). Особой надобности ни въ воронкѣ, ни въ трубкѣ съ раздутымъ шаромъ—нѣтъ, такъ какъ при упомянутыхъ размѣрахъ колбы можно вполне ручаться за то, что не будетъ потери вещества вслѣдствіе разбрызгиванія даже при сильномъ газообразованіи. Заливъ кислоту, устанавливаютъ

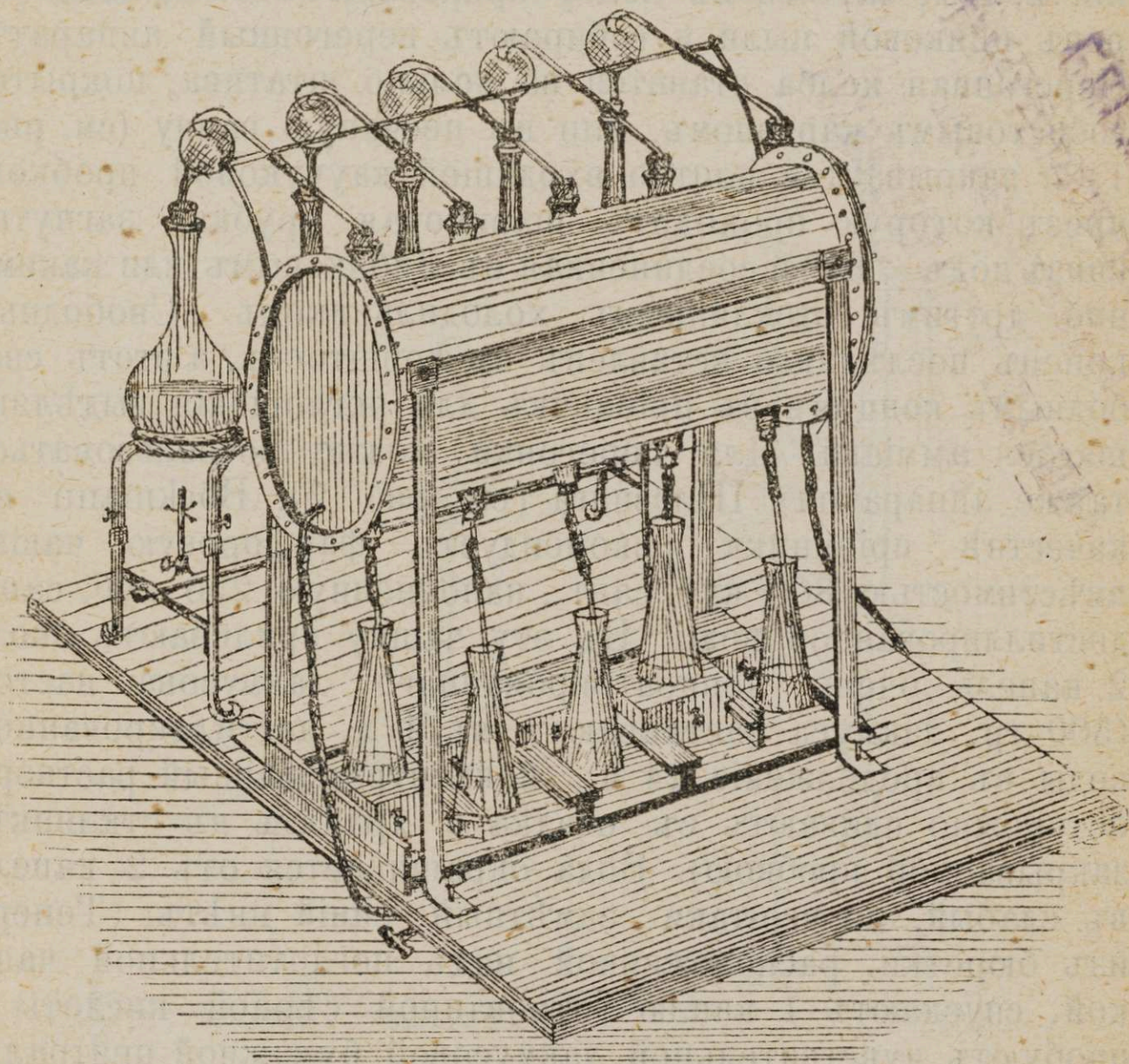


Рис. 1.

колбу на азбестовый картонъ и нагреваютъ умеренно, такъ чтобы послѣ 4-хъ минутнаго нагреванія жидкость спокойно кипѣла; кипѣніе поддерживаютъ въ теченіе 8 минутъ; теперь возстановленіе считается оконченнымъ. Содержимое колбы охлаждаютъ, чтобы отъ вливаемой затѣмъ чрезъ воронку воды колба не лопнула, по-

томъ уже вливаютъ 150 куб. сант. воды и 50 куб. сант. ѣдкаго натра (уд. вѣса 1,25, приготовленнаго изъ ѣдкаго натра, вполне свободнаго отъ азота). Все это сдѣлавъ, изъ промывалки смываютъ внутреннюю стѣнку колбы въ ея верхней части, при одновременномъ вращеніи колбы; затѣмъ въ колбу прибавляютъ нѣсколько зеренъ цинковой пыли и собираютъ перегонный аппаратъ. Перегонная колба ставится на кольцо штатива, покрытое азбестовымъ картономъ, или въ песчаную ванну (см. рис. 1) и закрывается плотно входящей каучуковой пробкой, чрезъ которую проходитъ шариковая трубка, загнутая внизъ подъ $< 60^{\circ}$ и соединенная съ Либиховымъ или какимъ ниб. другимъ стекляннымъ холодильникомъ. Свободный конецъ послѣдняго вставленъ въ форштоссъ, а этотъ свободнымъ концомъ въ пріемникъ для поглощенія выделяющагося амміака. Для перегонки можно воспользоваться также аппаратомъ Шлѣзинга (см. рис. 2). Вѣскманн въ качествѣ пріемника рекомендуетъ фарфоровую чашку вмѣстимостью 800 куб. сант., наполненную 250 куб. сант. дистиллированной воды. Въ эту чашку приливаютъ около 2 капель очень концентрированного лакмусова настоя (500 гр. лакмуса настаиваютъ въ 1 л. дистиллированной воды въ продолженіе 24 ч., концентрированный растворъ осторожно сливаютъ съ осадка и хранятъ въ стеклянкѣ, закрываемой пробкою). Вода окрашивается отъ 2 капель въ слабый, но все-таки замѣтный синій цвѣтъ. Теперь изъ бюретки, расположенной надъ поглотительной чашкой, спускаютъ 1 каплю титрованной сѣрной кислоты и пробуютъ чувствительной лакмусовой бумажной нейтральность жидкости. Если послѣдняя получится по прибавленіи одной капли, то кислоту въ бюреткѣ устанавливаютъ на 0, и начинаютъ нагревать колбу на азбестовомъ картонѣ. (Содержимое колбы имѣетъ зеленовато-коричневый цвѣтъ). Изъ бюретки спускаютъ около 90% всей сѣрной кислоты, расходуемой на весь анализъ пробы (конечно, надо сдѣлать предварительную пробу). Кислая жидкость въ поглотительной чашкѣ подъ конецъ перегона начинаетъ мало-по-малу усредняться амміакомъ; конецъ

опредѣляется по синимъ струйкамъ въ усредненной жидкости. Теперь изъ бюретки спускаютъ еще немного кислоты и доканчиваютъ перегонъ. Если былъ израсходованъ избытокъ сѣрной кислоты (очень немного противъ теоретическаго), то онъ опредѣляется обратнымъ титрованіемъ нормальнымъ (или $\frac{1}{10}$ -нор.) ѣдкимъ натромъ и отнимается

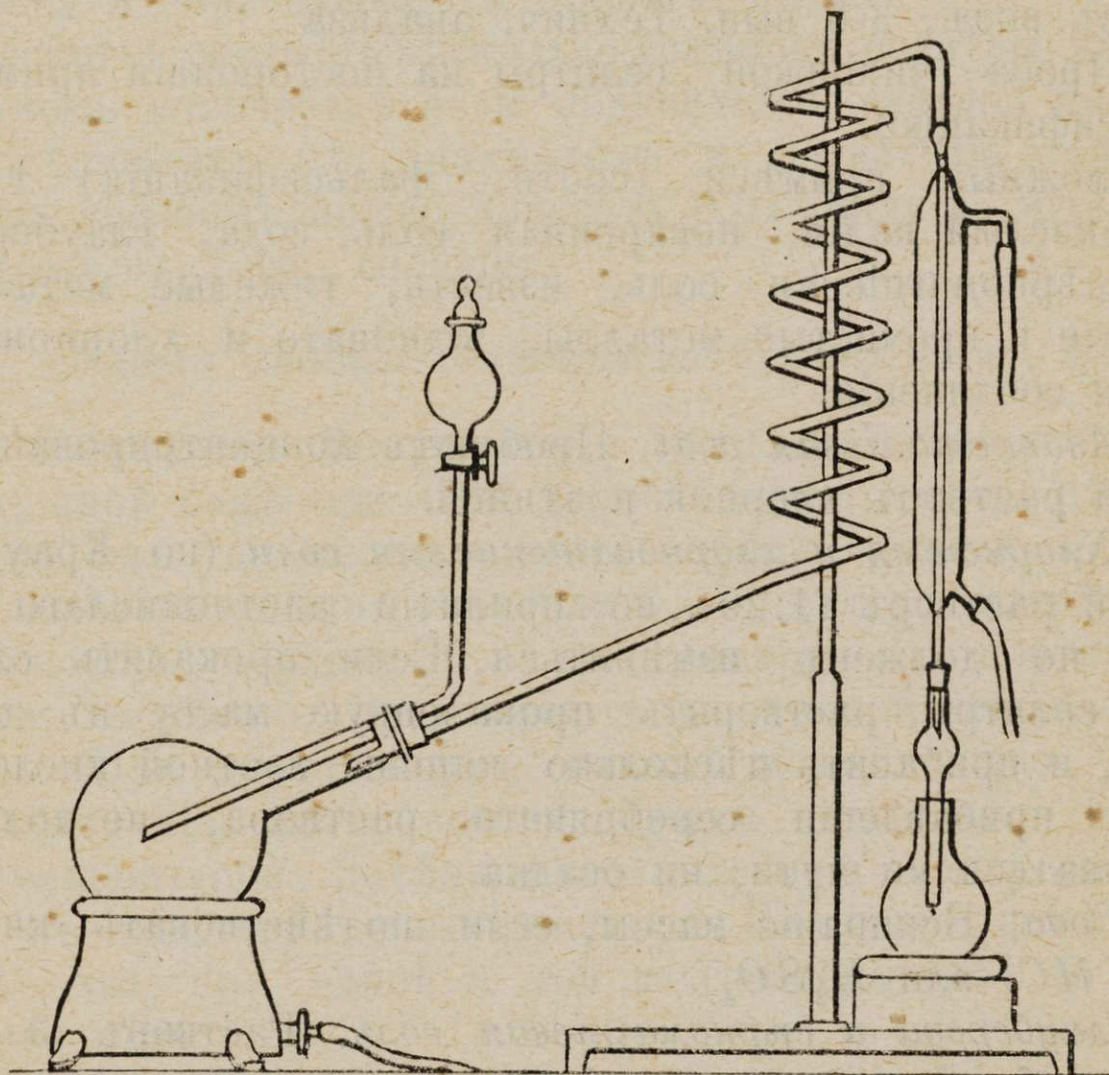


Рис. 2.

отъ общаго количества израсходованной кислоты. Вöckmann рекомендуетъ приливаніе титрованной кислоты изъ бюретки подъ конецъ производить осторожно, только до нейтрализаціи свободнаго амміака, а не употреблять избытка кислоты. Если затѣмъ въ продолженіе нѣсколькихъ минутъ мы не замѣтимъ больше синяго цвѣта жидкости, то перегонку останавливаемъ, конецъ форштосса изъ поглотитель-

наго сосуда вынимаемъ и по запаху убѣждаемся въ отсутствіи амміака въ водяномъ парѣ. Вычисленія:

1 куб. сант. нормал. сѣрн. кислоты = 0,085 гр. NaNO_3

1 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нор. сѣрн. кислоты = 0,0085 гр. NaNO_3

1 куб. сант. $\frac{1}{2}$ нор. сѣрн. кислоты = 0,0425 гр. „

Анализъ селитры по способу Шлезинга-Вагнера, см. анализъ водъ, 3-й вып. Технич. анализа.

2. Проба чилийской селитры на постороннія примѣси (фальсификацію).

Возможныя примѣси (соотв. фальсификація) суть: азотнокислый калий, поваренная соль, сода, глауберова соль, сѣрномагніевая соль, известь, тяжелые металлы, іодистые и бромистые металлы, іодновато и хлорноватокислые соединенія.

а) *Азотнокалиевая соль*. Пробуютъ концентрированный водный растворъ хлорной платиной.

б) *Хлористая и хлорноватокислая соли* (по Крауху). Водный растворъ (1:20), по прилитіи азотнокислаго серебра, не долженъ измѣняться. Если прокалить слабо 1 гр. селитры, растворить прокаленную массу въ водѣ (1:20), и прибавить нѣсколько капель азотной кислоты, то, по прибавленіи серебрянаго раствора, не должно образоваться ни мути, ни осадка.

с) *Сода*. Вскипаніе массы, если подѣйствовать кислотами (HCl или H_2SO_4).

д) *Глауберова и сѣрномагніевая соль*. Растворъ 3 гр. въ 60 куб. с. воды, по прибавленіи раствора хлористаго барія и послѣ многочасового стоянія въ теплѣ, не долженъ давать осадка. Для обнаруживанія MgSO_4 , къ новому раствору 3 гр. въ 60 куб. с. дистиллированной воды прибавляютъ немного амміака, хлористаго аммонія и фосфорнокислаго натра.

е) *Известь и тяжелые металлы* (по Крауху). 3 гр. селитры, растворенные въ 50 куб. сант. воды, даютъ нейтральный растворъ, который, по прибавленіи амміака, щавелевокислаго аммонія и сѣрнистаго аммонія, долженъ оставаться безъ измѣненія. А также водный, немного под-

кисленый соляною кислотою растворъ не долженъ измѣняться, по прибавленіи воды, насыщенной H_2S .

f) *Іодистыя, іодноватистокислыя и бромистыя соединенія.* Нѣсколько граммовъ селитры растворяются въ небольшомъ количествѣ воды, іодноватая кислота въ растворѣ возстановляется цинкомъ; потомъ растворъ нагревается съ концентрированной сѣрной кислотою, разбавляется и обрабатывается сѣроуглеродомъ.

Вескуртс растворъ нѣсколько граммовъ селитры въ 20-ти кратномъ количествѣ воды подкисляетъ азотной кислотой и смѣшиваетъ съ крахмаломъ и іодистымъ калиемъ. Этимъ способомъ можно доказать 0,01 миллигр. іодноватой кислоты въ 1 гр. селитры.

3. Полный анализъ селитры за исключеніемъ $NaNO_3$.

a) *Влажность.* Высушиваютъ 10 гр. чилийской селитры въ воздушной банѣ при 130° до постояннаго вѣса. (Навѣску берутъ изъ тщательно приготовленной средней пробы).

Влажность можно опредѣлить, осторожно нагревая на маленькомъ пламени 0,8 гр. селитры въ платиновомъ тиглѣ; нагреваніе продолжаютъ до спокойнаго плавленія массы. При достаточномъ навыкѣ можно точно угадать это состояніе, безъ всякой нужды тщательно слѣдить за температурой. Затѣмъ расплавленную массу охлаждаютъ въ экикаторѣ и взвѣшиваютъ. Плавленіе повторяютъ разъ—два, при одной и той же температурѣ, до постояннаго вѣса.

b) *Нерастворимое въ водѣ.* Отвѣшиваютъ 50 гр. селитры въ стаканѣ; растворяютъ въ водѣ и фильтруютъ черезъ фильтръ, который былъ предварительно протарированъ равнымъ по вѣсу фильтромъ. Полученный осадокъ одновременно сушится съ фильтромъ, служащимъ тарой. Высушиваніе рекомендуютъ при температурѣ около $120-130^\circ$; если внѣшній видъ осадка показываетъ значительное количество органическихъ веществъ, содержащихся въ немъ, то фильтръ вмѣстѣ съ нерастворимымъ остаткомъ сжигается и такимъ образомъ опредѣляется приблизительно содержание органическихъ веществъ въ селитрѣ.

с) *Определение хлора, сѣрной к., извести, магнезій и натра.* Растворяютъ 5 гр. селитры, помѣщенной на фильтръ, обливая ее кипящей водой, и собираютъ фильтратъ въ стеклянку вмѣстимостью 500 куб. сант. Послѣ промыванія оставшагося на фильтрѣ песка и пр., фильтръ высушиваютъ и сжигаютъ. Остатокъ взвѣшиваютъ. Фильтратъ, по охлажденіи, доводится до объема 500 куб. сант.; пипеткой берутъ 50 куб. сант. и опредѣляютъ содержаніе хлора или титрованіемъ, или осажденіемъ серебрянымъ растворомъ. Найденный хлоръ перечисляютъ на хлористый натрій. Берутъ пипеткой еще 50 куб. сант., нагрѣваютъ до кипѣнія и смѣшиваютъ съ горячимъ хлористымъ баріемъ; при чемъ выдѣлившійся сѣрнокислый барій собирается, сушится, прокаливается и взвѣшивается. SO_3 перечисляется $CaSO_4$. Для опредѣленія извести и магнезій, 20 гр. растворяютъ въ 1000 куб. сант. кипящей воды; известь осаждается щавелевокислымъ аммоніемъ, магнезія—фосфорнокислымъ аммоніемъ (для того и другого опредѣленія употребляютъ 500 куб. сант. приготовленнаго раствора). Для опредѣленія натра, 100 куб. сант. раствора (20 гр. въ 1000 куб. сант.) обрабатываются сѣрной кислотой, выпариваются до-суха, остатокъ прокаливается до постояннаго вѣса. По сѣрнокислому натру, послѣ отнятія сѣрнокислаго кальція и магнія, вычисляютъ количество натра. Если въ селитрѣ есть калий, то, естественно, и онъ отнимается отъ общаго количества сѣрнокислаго натра.

д) *Определение калия.* Остатокъ сѣрнокислыхъ солей растворяютъ въ водѣ, съ прибавленіемъ небольшого количества соляной кислоты, и точно опредѣляютъ въ полученномъ растворѣ сѣрную кислоту, осаждая ее хлористымъ баріемъ. Отъ общаго количества сѣрнокислыхъ солей отнимаютъ найденныя количества сѣрнокислыхъ магнія и кальція, и затѣмъ сѣрнокислый калий и натрій вычисляются по слѣдующей формулѣ:

$$N = \frac{S - (A \times 0,45919)}{0,10419}; \text{ и } K = A - N.$$

A — означает общее количество сѣрноокислыхъ щелочей, *S*—сѣрную кислоту связанную съ щелочами, *N*—количество сѣрноокислаго натра и *K* сѣрноокислый калий.

Анализъ азотной кислоты.

а) *Крѣпость азотной кислоты.* Опредѣляютъ ее ареометромъ съ пользованіемъ новыми таблицами Люнге и Рея. Такъ какъ таблицы вычислены для азотной кислоты при $\frac{15^0}{4^0}$, то въ найденный при извѣстной (опытной) температурѣ удѣльный вѣсъ надо ввести поправки 1) на температуру (см. „Поправки наблюдаемыхъ уд. вѣсовъ для температурной разницы между 13 и 17° Ц., т. XII и 2) на вліяніе азотноватой (N_2O_4) кислоты, содержащейся въ азотной кислотѣ таб. XI. Количество N_2O_4 въ процентахъ опредѣляютъ хамелеономъ (см. дальше: *Анализъ дымящейся сѣрной кислоты*).

Примѣръ: удѣл. вѣсъ азотной кислоты съ 2,93 проц. N_2O_4 при 20° установленъ въ 1,4994. Сдѣлаемъ прежде всего поправку на температуру; для этого воспользуемся таблицей поправокъ уд. вѣсовъ для температурной разницы между 13 и 17° Ц. Поправленный вѣсъ будетъ $= 1,4994 - (0,0016 \times 5) = 1,5074$. Теперь вычислимъ поправку на азотноватую кислоту (N_2O_4). Вычисленія эти не вполне точны, но для практики достаточны, такъ какъ таблица поправокъ сдѣлана для исходной кислоты уд. вѣса 1,4960 при $\frac{15}{4}^0$ (въ бездушн. пространствѣ). Находимъ, что для 2,93 проц. (круглое число 3,00 проц.) надо отнять 0,0180 отъ найден. удѣл. вѣса; такимъ образомъ, имѣемъ уд. вѣсъ $= 1,5074 - 0,0180 = 1,4894$. Для этого числа (примемъ круглую цифру 1,490) въ таблицѣ находимъ процентное содержаніе $= 89,60 HNO_3$. Если бы мы не ввели послѣдней поправки, то для уд. вѣса 1,5074 нашли бы по таблицѣ содержаніе 97,50 проц. HNO_3 . Такимъ образомъ, въ опредѣленіе вкралась бы значительная ошибка!

б) *Особья пробы.*

1. *Твердый остатокъ.* 50 куб. сант. кислоты осторожно выпариваются въ протарированной платиновой чашкѣ при незначительномъ нагрѣваніи подъ тягой. Остатокъ, состоящій изъ сѣрноокислаго натра съ небольшимъ количествомъ окиси желѣза, высушивается и взвѣшивается.

Краухъ предписываетъ для Acid. nitricum pur. производить изслѣдованіе слѣдующимъ образомъ: 10 гр. при выпариваніи въ фарфоровой чашкѣ оставляютъ минимальный и едва опредѣлимый на вѣсахъ осадокъ. При испареніи 50 гр. крѣпкого чистаго препарата получается вѣсовой приростъ чашечки = 2—3 миллигр.

2. *Сѣрная кислота* (по Крауху): 10 гр. выпариваются въ фарфоровой чашкѣ до 1 куб. сант; оставшаяся кислота разбавляется 30 куб. сант. воды, жидкость сливается въ стеклянный стаканъ, нагрѣвается и обрабатывается хлористымъ баріемъ. При чемъ, если дѣло идетъ объ Acid. nitric. purum, то она не должна показывать слѣдовъ сѣрной к., даже послѣ долгаго стоянія.

3. *Хлоръ.* Качественно по Крауху: 50 куб. сант. дистиллированной воды, къ которой прибавлено нѣсколько капель серебрянаго раствора, по прибавленіи 5—10 куб. сант. азотной к., не должны показывать какого-либо измѣненія. (Предварительно надо попробовать дистиллированную воду).

Количественно. Нейтрализуютъ химически чистой содой (слабо щелочная реакція совершенно не вредить) и титруютъ серебрянымъ растворомъ (индикаторомъ служитъ K_2CrO_4).

4. *Тяжелые металлы и земли* (по Крауху): 20 гр. разбавляютъ водою и приливаютъ избытокъ амміака, сѣрнистаго аммонія и щавелевоокислаго аммонія; въ результатъ, при химич. чистой азотной кислотѣ не должно произойти ни потемнѣнія раствора, ни мути.

5) *Азотистая кислота, соотвѣт. азотноватая* (см. дальше, изслѣдованіе дымящейся азотной кислоты).

б) *Желѣзо:* 5 гр. разбавляютъ до 25 куб. сант. и прибавляютъ нѣсколько капель раствора роданистаго калия; не должно быть красноватаго окрашиванія.

Венабль для доказательства слѣдовъ желѣза въ крѣпкихъ кислотахъ рекомендуютъ голубую жидкость, которую получаютъ, если смѣшать азотнокислую закись кобальта съ крѣпкой соляной кислотой. Слѣды окисныхъ желѣзныхъ солей измѣняютъ синій цвѣтъ этой жидкости въ зеленый, между тѣмъ какъ желѣзные закисныя соли не оказываютъ вліянія.

7) *Іодъ* (по Крауху) $\frac{1}{200}$ процентное содержаніе іода въ азотной кислотѣ окрашиваетъ послѣднюю въ желтоватый цвѣтъ, и іодъ легко тогда опредѣлить простымъ встряхиваніемъ такой кислоты съ хлороформомъ. Но обыкновенно іодъ въ азотной кислотѣ находится не въ видѣ іода, а въ видѣ кислородныхъ соединений послѣдняго: поэтому рекомендуютъ изслѣдуемую азотную кислоту сначала разбавить водой, прибавить сѣрнистой к. или сѣроводорода, и возстановленный іодъ тогда можно доказать обработкою CS_2 или крахмальнымъ клейстеромъ. Но всякій избытокъ сѣрнистой кислоты или сѣроводорода способствуетъ исчезновенію этой реакціи.

Для доказательства іода возстановляютъ іодноватую кислоту, обрабатывая изслѣдуемую азотную к. химически чистымъ цинкомъ (непродолжительное время), при чемъ образовавшаяся азотистая кислота освобождаетъ іодъ изъ іодоводорода.

По нѣмецкой фармакопее для испытанія на іодъ и іодноватую кислоту встряхиваютъ азотную к., разбавленную двойнымъ объемомъ воды, — съ небольшимъ количествомъ хлороформа, при чемъ послѣдній не долженъ окрашиваться въ фіолетовый цвѣтъ, даже по прибавленіи кусочка цинка, такъ чтобы послѣдній торчалъ въ слѣ кислоты (или на платиновой проволоцѣ).

Проба дымящейся азотной кислоты.

Дымящаяся азотная кислота, кромѣ HNO_3 , содержитъ N_2O_4 и N_2O_3 въ различныхъ количествахъ. Чѣмъ темнѣе ея цвѣтъ, тѣмъ больше въ ней содержится азотноватой кислоты. Дымящаяся азотная кислота встрѣчается въ про-

дажѣ въ видѣ *Acidum nitricum fum. puriss.* (1,525 уд. вѣса) и въ видѣ *Acidum nitricum fum. pur.* по нѣмецкой Фармок. II (уд. вѣса 1,48).

Качественныя пробы кислоты ведутся подобно пробамъ обыкновенной азотной к. Особенно важно, чтобы она была свободна отъ всякихъ слѣдовъ сѣрной к. (такъ какъ дымящейся азотной кислотой часто пользуются для аналитич. цѣлей, напр., при опредѣленіи сѣры въ органическихъ и неорганическихъ веществахъ).

Количественныя опредѣленія: а) *азотноватая кислота.* Опредѣленіе послѣдней очень важно въ крѣпкой азотной кислотѣ для поправокъ къ прямо найденному уд. вѣсу кислоты. Спускаютъ по каплямъ анализируемую кислоту изъ прокалбированной самымъ точнымъ образомъ и раздѣленной на $\frac{1}{20}$ куб. сант. бюретки въ опредѣленный объемъ нагрѣтаго до 40° Ц. $\frac{1}{2}$ нормальн. хамелеона (15,820 гр. $KMnO_4$ въ 1 л.) вплоть до исчезновенія всякаго окрашиванія (цвѣта) послѣдняго. Предъ титрованіемъ кислоту въ бюреткѣ оставляютъ на нѣкоторое время, чтобы она приняла комнатную температуру, о чемъ судятъ по неизмѣняемости ея объема въ бюреткѣ. Число куб. сант. кислоты, которое пошло для обезцвѣчиванія хамелеона, умножаютъ на ея уд. вѣсъ, соотвѣтствующій комнатной температурѣ, и получаютъ вѣсъ израсходованной кислоты; отсюда извѣстнымъ образомъ вычисляется содержаніе N_2O_4 .

б) *Общее кислотное содержаніе.* Изъ бюретки, наполненной изслѣдуемой кислотой, медленно спускаютъ по каплямъ 10 куб. сант. кислоты въ ледяную воду, разбавляютъ до 100 куб. сант. и берутъ нѣкоторую часть жидкости для титрованія; при чемъ титруютъ ѣдкимъ натромъ, титръ котораго установленъ самымъ точнымъ образомъ. Метиль-оранжъ въ качествѣ индикатора здѣсь не годится, такъ какъ онъ разрушается азотистой кислотой; поэтому титруютъ подогрѣваемый растворъ съ лакмусомъ (лучше наливать к. въ стаканчикъ изъ калійнаго стекла).

Анализъ соляной кислоты.

Для опредѣленія содержанія хлористоводороднаго газа въ соляной кислотѣ въ заводахъ и фабрикахъ часто пользуются ареометромъ Боме или ареометромъ уд. вѣса, затѣмъ градусы Б. или уд. вѣса переводятъ въ проценты HCl , пользуясь таблицей удѣльн. вѣсовъ соляной кислоты различной концентраціи, вычисленной при $\frac{15^{\circ}}{4}$;

въ случаѣ другой температуры (во время опыта) надо ввести поправку на температуру. Но при употребленіи ареометра не мѣшаетъ помнить, что постороннія примѣси продажной соляной к. сообщаютъ ареометрическому опредѣленію неточность, если мы даже вели опредѣленіе при $15^{\circ} C$. или сдѣлали соотвѣтственную поправку на температуру. Поэтому во многихъ случаяхъ приходится обращаться къ прямому анализу. Анализъ чаще всего ведется ацидиметрическимъ путемъ, т. е. титруя кислоту ѣдкимъ натромъ. Примѣръ:

Отвѣшивають въ колбочкѣ около 30 гр. (20—25 куб. сант.) соляной кислоты, разбавляютъ дистиллированной водою до 500 куб. сант., берутъ пипеткой десятую часть приготовленнаго раствора и, приливъ 2—3 капли метиль-оранжа, титруютъ растворомъ нормальнаго ѣдкаго кали или натра до перехода краснаго цвѣта въ желтый.

Надо помнить, что на переходъ краснаго цвѣта титруемаго раствора въ желтый не слѣдуетъ смотрѣть, какъ на конецъ титрованія, а продолжаютъ приливать KOH или $NaOH$ по каплямъ до тѣхъ поръ, пока этотъ желтый цвѣтъ не измѣнитъ своего оттѣнка, не просвѣтлѣетъ. Чтобы убѣдиться, что мы правильно протитровали, приливаютъ каплю нормальной соляной кислоты; тогда цвѣтъ жидкости измѣнится, т. е. приметъ болѣе темный оттѣнокъ безъ перехода въ красный. Если желтый цвѣтъ еще остается, по прибавленіи капли кислоты, то было прилито много ѣдкаго кали или натра; если же онъ тотчасъ переходитъ въ красноватый цвѣтъ, —слишкомъ мало щелока.

Содержаніе кислоты узнають, умножая число израсходованных куб. сант. щелока на 0,0365. Если соляная кислота содержит сѣрную кислоту, т. е. изслѣдуемая кислота не вполне химически чистая, то поступаютъ слѣдующимъ образомъ: изъ кислоты, почти усредненной чистымъ углекислымъ натромъ, осаждаютъ сѣрнокислый барій хлористымъ баріемъ. Прокаливъ и взвѣсивъ $BaSO_4$, опредѣляютъ сѣрную кислоту, перечисляютъ ее на соляную к. и отнимаютъ найденное число послѣдней отъ общаго содержанія. Для опредѣленія сѣрной кислоты употребляютъ изслѣдуемой соляной кислоты втрое больше, чѣмъ взято было ея для титрованія, т. е. 150—200 куб. сант. приготовленнаго раствора. Осажденіе хлористымъ баріемъ при нагреваніи, см. Аналит. химію Меншуткина, стр. 305.

Сырая соляная кислота можетъ содержать въ числѣ примѣсей: сѣрную и сѣрнистую к., хлоръ, мышьякъ и желѣзные соединенія, окись алюминія, известь, щелочи, бромистый и іодистый водороды. Желтый ея цвѣтъ обусловливается *хлорнымъ желѣзомъ, органическими веществами или хлоромъ*. Послѣдній очень часто содержится въ соляной кислотѣ; его происхожденіе слѣдуетъ приписать азотистой кислотѣ, растворенной въ употребляемой для добыванія HCl сѣрной кислотѣ.

Хлоръ обнаруживается растворомъ крахмала и іодистаго калия, именно іодъ, окрашивающій крахмалъ въ синій цвѣтъ, вытѣсняется хлоромъ изъ KJ ; однако не мѣшаетъ предварительно убѣдиться въ чистотѣ употребляемаго реактива, приливая къ его раствору немного химически чистой соляной кислоты (или сѣрной), если реактивъ отъ одного подкисленія окрашивается въ синій цвѣтъ, то это—явный признакъ, что въ самомъ реактивѣ содержится іодноватый калий (KJO_3). Конечно, такой реактивъ нельзя употреблять для пробы. Такъ какъ и хлорное желѣзо въ свою очередь выдѣляетъ изъ іодистаго калия свободный іодъ, то достаточно подогрѣть изслѣдуемую кислоту и въ ея парахъ подержать бумажку, пропитанную іодистымъ калиемъ и крахмаломъ. Послѣдняя проба еще проще.

Кромѣ хлора, въ соляной к. содержатся мышьякъ и желѣзо, которыя переходятъ въ нее изъ сырой сѣрной кислоты. Качественная проба на упомянутыя примѣси производится обычнымъ путемъ (см. Анализъ сѣрной к.). Для изслѣдованія на мышьякъ Краухъ рекомендуетъ слѣдующій способъ: 10 гр. соляной кислоты разбавляютъ 10 куб. сант. воды, и поверхъ кислоты осторожно наливаютъ 5 куб. сант. свѣжеприготовленнаго сѣроводороднаго раствора. Въ отсутствіи мышьяка, послѣ часового стоянія, какъ на холоду, такъ и при нагрѣваніи, на границѣ обѣихъ жидкостей не появляется ни окрашиванія, ни желтаго кольца. Изъ количественныхъ опредѣленій упомянемъ объ опредѣленіи мышьяка, желѣза и сѣрнистой кислоты.

а) *Мышьякъ*. Для возстановленія содержащейся въ кислотѣ мышьяковой кислоты чрезъ растворъ продолжительно пропускаютъ сѣрнистую кислоту и, по удаленіи ея избытка, осаждаютъ мышьякъ въ видѣ трехсѣрнистаго мышьяка 2-хъ часовымъ пропусканіемъ сильной струи сѣроводорода чрезъ изслѣдуемую кислоту. Осадокъ отфильтровываютъ, тщательно промываютъ и тутъ же на фильтрѣ растворяютъ въ амміакѣ, растворъ собираютъ въ протарированную стеклянную или фарфоровую чашку и въ ней выпариваютъ до-суха; затѣмъ трехсѣрнистый мышьякъ высушиваютъ при 100° и взвѣшиваютъ.

б) *Желѣзо*. Измѣренное количество кислоты для возстановленія желѣза обрабатываютъ цинкомъ, не содержащимъ желѣза, при одновременномъ пропусканіи чрезъ нее углекислоты. Потомъ сильно разбавляютъ прокипяченной (охлажденной) дистиллированной водою, смѣшиваютъ съ 20 процентнымъ растворомъ хлористаго или сѣрнокислаго марганца и титруютъ точно установленнымъ $\frac{1}{20}$ -нормальнымъ растворомъ $KMnO_4$; 1 куб. сант. $\frac{1}{20} KMnO_4 = 0,0028$ гр. *Fe*.

с) *Сѣрнистая кислота*. Окисляется въ сѣрную при посредствѣ хамелеона, іода или перекиси водорода и въ видѣ сѣрной к. осаждается хлористымъ баріемъ. Но такъ какъ въ соляной кислотѣ можетъ находиться и безъ того

сѣрная кислота, то отъ общаго количества сѣрной кислоты отнимается раньше найденная сѣрная к. (см. стр. 28).

Контроль конденсаціи солянокислаго газа.

Какъ бы ни былъ удовлетворителенъ конденсаціонный аппаратъ для солянокислаго газа, нѣкоторая часть послѣдняго уходитъ изъ него непоглощенной въ атмосферу; какъ въ цѣляхъ самаго производства, такъ и въ цѣляхъ санитарныхъ очень важно ежедневно контролировать такую потерю. Для этого въ началѣ и концѣ аппарата изъ приводящей и отводящей трубъ отсасываютъ нѣкоторый объемъ газа, опредѣляютъ въ немъ содержаніе HCl и находятъ отношеніе между содержаніемъ во входящемъ газѣ и выходящемъ, и на основаніи этого отношенія судятъ, какъ велика у насъ потеря.

Для отсасыванія Люнге рекомендуетъ простой и дешевый аппаратъ слѣдующаго устройства (рис. 3). Аппаратъ состоитъ изъ двухъ стеклянокъ I и II, каждая вмѣстимостью $2\frac{1}{2}$ литра, съ хорошими каучуковыми пробками, которыя снабжены двумя отверстіями. Чрезъ каждую пробку проходитъ одна трубка, оканчивающаяся немного ниже пробки, а другая колѣнчатая, доходящая почти до дна стеклянки. Первыя пусть будутъ *a* и *b*; послѣднія *c* и *d*. Трубки *c* и *d* соединены между собою каучуковой трубкой; другая такая же каучуковая трубка соединяетъ или *a* или *b* съ аппаратомъ, чрезъ который долженъ проходить всасываемый газъ, напр. съ небольшою Вульфовой банкой, наполненной водою и съ своей стороны находящейся въ соединеніи съ приводящей или отводящей конденсируемые газы трубами конденсаціоннаго аппарата. Одна стеклянка, напр. I, устанавливается на деревянной подставкѣ или на кирпичахъ на такой высотѣ, чтобы ея дно находилось надъ горломъ II стеклянки. Если *b* теперь соединить съ конденсаціоннымъ аппаратомъ и въ *a* высосать воздухъ на мгновеніе, то изъ *c* и *d* и каучука образуется сифонъ,

по которому начинает перетекать вода, а по *b* входит газъ. Если все содержимое I вытечетъ, то каучукъ *b* удаляютъ, обѣ стеклянки переставляютъ, такъ что теперь II будетъ находится вверху и на *a* надѣваютъ каучукъ; соединеніе между *c* и *d* не измѣняется (остается безъ перемѣны). Теперь только стоитъ при *b* потянуть немного въ себя воздухъ, и аппаратъ придетъ въ дѣйствіе.

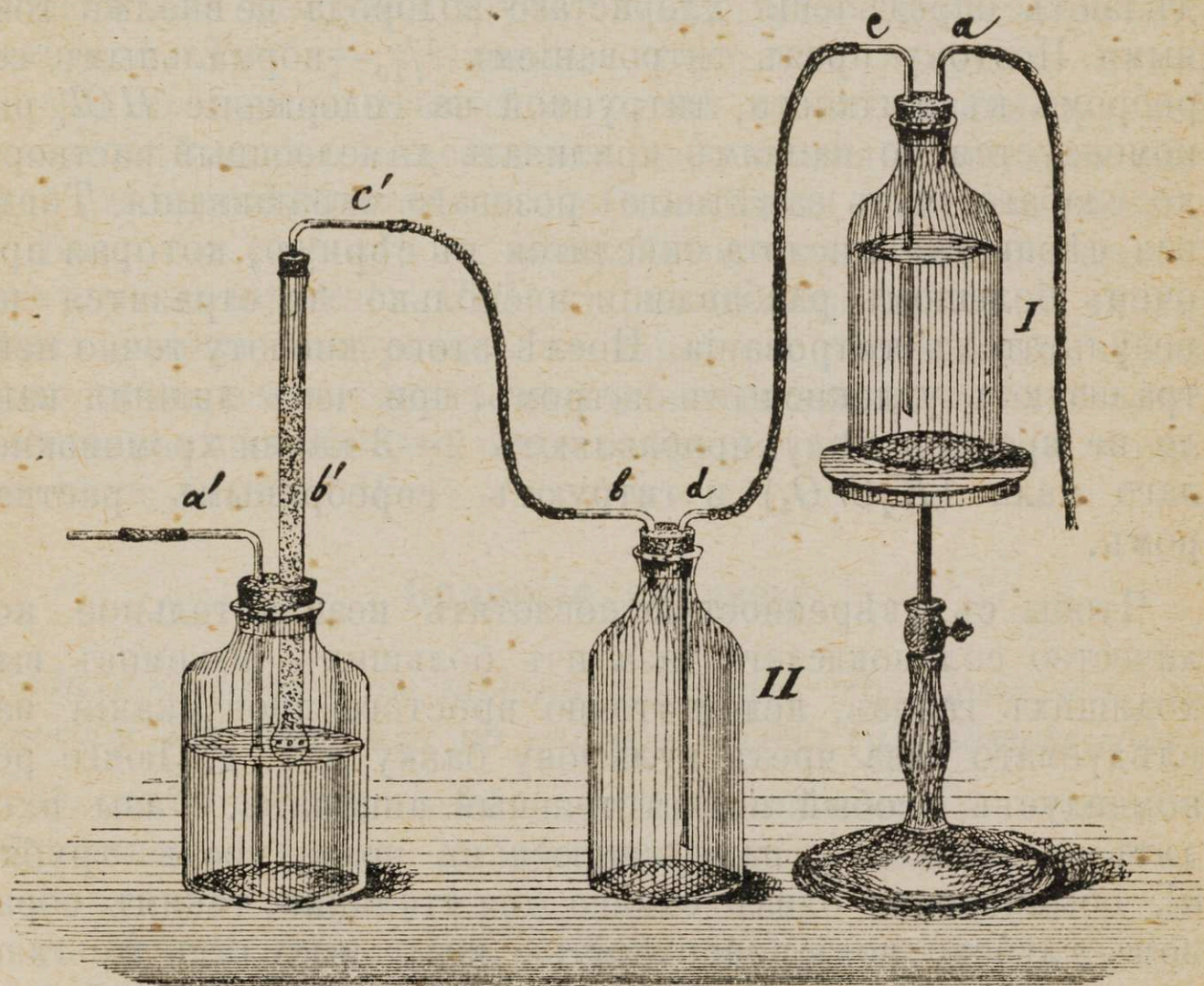


Рис. 3.

Объемъ воды, вытекающей изъ той или другой бутылки, измѣряютъ разъ навсегда, не принимая во вниманіе того малаго количества жидкости, которое всегда остается на днѣ (до конца трубки) стеклянокъ, и этотъ объемъ всегда долженъ быть приблизительно одинъ и тотъ же. Для поглощенія газа, содержащаго HCl , употребляютъ или дистиллированную воду, или слабый содовый растворъ, или измѣренное количество серебрянаго раствора. Но

лучше брать дестиллированную (не содержащую хлора) воду. Но такъ какъ въ выходящихъ изъ аппарата газахъ всегда содержится сѣрнистая кислота (происхожденіе которой позади коксовой башни можно приписать дѣйствию парообразной сѣрной кислоты (SO_3) на коксовую начинку конденсаціонной башни, а въ началѣ—разложенію SO_3 въ сульфатной печи), то эти малыя количества SO_2 дѣлають опредѣленія хлористаго водорода не вполне точными. Поэтому предъ титрованіемъ $\frac{1}{10}$ —нормальнымъ серебромъ къ жидкости, титруемой на содержаніе HCl , рекомендуется по каплямъ приливать хамелеонный растворъ до слабаго (чуть замѣтнаго) розоваго окрашиванія. Тогда вся сѣрнистая кислота окислится въ сѣрную, которая при очень большомъ разбавленіи нисколько не отразится на результатахъ титрованія. Послѣ этого кислоту точно нейтрализуютъ углекислымъ натромъ, при чемъ лишняя капля не вредитъ дѣлу, прибавляютъ 2—3 капли хромовокислаго кали (K_2CrO_4) и титруютъ серебрянымъ растворомъ.

Чтобы съ увѣренностью поглотить незначительное количество солянокислаго газа изъ большихъ объемовъ выходящихъ газовъ, недостаточно простого пропуска газу изслѣдуемаго газа чрезъ вульфову банку и т. д. Люнге рекомендуетъ особый поглотительный аппаратъ. Газы входятъ въ жидкость, находящуюся въ немъ, чрезъ трубку a' , обыкновенно близъ самаго дна стеклянки, такимъ образомъ глубоко подъ поверхность воды выходятъ же газы чрезъ широкую трубку b' , которая при c' соединена съ аспираторомъ. Трубка b' выдута внизу въ шаръ, въ которомъ надѣлано много маленькихъ отверстій; выше шара трубка набита стеклянными черепками. Трубка точно установлена на уровнѣ жидкости, и газъ, пройдя чрезъ нее, увлекаетъ немного раствора въ дырки b' здѣсь жидкость, распредѣлившись по стекляннымъ осколкамъ, образуетъ большую поверхность для поглощенія газа. Трубка b' должна быть достаточно длинной, потому что жидкость въ ней поднимается очень высоко. Вмѣсто продыравленнаго стекляннаго шарика, можно взять открыто кончающуюся стеклян-

ную трубку, которая затыкается пробкой съ мелкими желобками по стѣнкамъ.

Съ цѣлью набирания газа изъ газопроводныхъ трубъ, въ нихъ продыравливаются отверстія діам. $2\frac{1}{2}$ сант. = 1"; въ обычное время они затыкаются пробками; во время анализа въ отверстія вставляютъ пробку съ торчащей стеклянной трубкой, доходящей до трети радіуса газопроводной или отводной трубы, считая отъ окружности послѣдней. Трубку втыкаютъ нѣсколько наклонно такъ, чтобы въ нее не попало ни одной капли конденсируемой кислоты; наружной частью она соединяется съ поглотительной стеклянкой (банкой), а эта послѣдняя съ аспираторомъ.

Было бы еще лучше, если бы одновременно съ анализомъ на содержаніе HCl въ конденсируемыхъ и уходящихъ газахъ измѣрялась температура послѣднихъ. Такъ какъ температура газовъ, выходящихъ изъ муфельной печи, бываетъ выше 200° , то цѣлесообразно пользоваться термометрами до 350° Ц.

Содовые анализы.

Сода добывается по одному изъ двухъ способовъ: или по способу Леблана, или по способу Сольве (амміачная сода).

Въ качествѣ примѣсей, сода Леблана можетъ содержать: сѣрнокислый натръ, хлористый натръ, кремнекислый н., аллюминатъ натрія, ѣдкій н., известь, песокъ и уголь.

Амміачная сода (сода Н) большею частью очень чистый продуктъ—обыкновенно содержитъ немного хлористаго натра ($1\frac{1}{2}$ — $2\frac{1}{2}$ проц.), иногда двууглекислую соду и въ крайнемъ случаѣ слѣды ѣдкаго натра. Впрочемъ, нельзя не упомянуть, что и леблановская сода теперь поступаетъ въ продажу въ очень чистомъ видѣ (насколько это требуется отъ доброкачественной соды), такъ что она содержитъ не больше $0,4\%$ нерастворимаго въ водѣ остатка, $0,1\%$ нерастворимаго въ соляной кислотѣ и около $0,02$ проц. окиси желѣза.

Дальше описанъ способъ изслѣдованія технической соды съ указаніемъ наивозможныхъ примѣсей въ ней. Такъ

какъ въ содѣ могутъ содержаться ѣдкій и сѣрнистый натръ, то рекомендуется качественно испробовать ее на содержаніе отдѣльныхъ частей, напр. ѣдкаго, сѣрнистаго, сѣрнистокислаго натровъ.

Качественная проба на ѣдкій натръ производится подобно количественной: берутъ немного содоваго раствора и дѣйствуютъ на него избыткомъ хлористаго барія; профильтровавъ отстоявшуюся свѣтлую жидкость, пробуютъ ее или лакмусомъ, или феноль-фталейномъ. Сѣрнистый натрій доказывается съ помощью щелочного раствора нитропруссиднаго натрія. Для пробы на сѣрнистокислый натръ растворъ подкисляютъ уксусною кислотою, смѣшиваютъ съ крахмальнымъ растворомъ и слѣдятъ за тѣмъ, не происходитъ ли обезцвѣчиванія крахмала, по прилитіи разбавленнаго іоднаго раствора.

Количественное изслѣдованіе.

Точно отвѣшиваютъ 53 гр. соды ($= \frac{1}{2} Na_2CO_3$), навѣску сыпаютъ въ большой стаканъ и растворяютъ ее въ горячей водѣ при помѣшиваніи, даютъ отстояться $\frac{1}{2}$ часа и потомъ фильтруютъ чрезъ просушенный и взвѣшенный фильтръ въ литровую колбу. Послѣ тщательнаго промыванія осадка на фильтрѣ, при чемъ промывныя воды присоединяются къ фильтрату, колба доливаема до мѣтки. Остатокъ на фильтрѣ сушится при 100° до постояннаго вѣса, взвѣшивается, отъ найденнаго вѣса отнимается вѣсъ ранѣе высушеннаго при 100° фильтра, *остатокъ принимается за нерастворимый въ водѣ*. При такихъ работахъ, какъ описана сейчасъ, рекомендуютъ употреблять двойной фильтръ; изъ нихъ одинъ служитъ для собиранія осадка и самаго фильтрованія, а другой — для тарированія, и во время фильтрованія онъ подкладывается подъ главный фильтръ, такъ что при самомъ фильтрованіи, промывкѣ, сушкѣ и на вѣсахъ онъ подвергается одинаковымъ съ главнымъ фильтромъ условіямъ чѣработки, вслѣдствіе чего ошибка при взвѣшиваніи значительно уменьшается, такъ какъ бумага считается до

нѣкоторой степени гигроскопичной и способной впитать въ себя влагу уже при самомъ взвѣшиваніи. Если осадокъ хотятъ изслѣдовать ближе, то фильтръ снова смачиваютъ водою и обливаютъ теплою, разбавленною соляною кислотою; окись желѣза, алюминія, углекислый кальцій и магній переходятъ въ растворъ. Послѣ этого, если фильтръ промыть теплою водою, высушить и взвѣсить, то мы будемъ имѣть вѣсъ остатка, состоящаго только изъ песка и угля; сжигая фильтръ съ осадкомъ и прокаливая его до пепла, вмѣстѣ съ тѣмъ мы сожжемъ и уголь; остатокъ послѣ прокаливанія состоитъ изъ песка; онъ взвѣшивается.

Въ солянокисломъ фильтратѣ количественно опредѣляется одно желѣзо. Съ этой цѣлью нагрѣтый почти до кипѣнія фильтратъ осаждается амміакомъ, осадокъ отфильтровывается изъ горячаго фильтрата, промывается теплою водою на фильтрѣ и тотчасъ же растворяется въ сѣрной кислотѣ (1:4), восстанавливается цинкомъ и титруется хамелеономъ ($\frac{1}{100}$ -нормальнымъ).

Если изъ остатка, принятаго за „нерастворимый“, вычтемъ окись желѣза, песокъ и уголь, то разность будетъ составлять углекислый кальцій.

Изслѣдованіе воднаго раствора (фильтрата).

а) *Общая щелочность.* 50 куб. сант. фильтрата, соответствующаго 2,65 гр. соды, титруются соляною кислотою (цѣлесобразно $\frac{1}{2}$ нормальной) съ прибавленіемъ метилъ-оранжа, и результатъ перечисляется на углекислый натрій. Сюда входятъ: ѣдкій натръ, сѣрнистый, сѣрнистокислый, кремнекислый натръ, алюминатъ и даже двууглекислый натръ. Если для титрованія мы употребляли $\frac{1}{2}$ нормальную соляную кислоту, то израсходованное число куб. сант. прямо покажетъ процентность соды, а если кислота была нормальная, то число спущенныхъ куб. сант. кислоты $\times 2$ покажетъ намъ процентность соды.

б) *Сѣрниокислый натръ.* 50 — 100 куб. сант. приготовленнаго фильтрата слабо подкисляются соляною кислотою, и кипящая жидкость осаждается горячимъ растворомъ хл-о

ристаго барія (условія осажденія и фильтрованія § 120, Аналит. химіи Менъшуткина).

с) *Хлористый натрій*. 20—50 куб. сант. подкисляются разбавленной азотной кислотой и осаждаются азотнокислымъ серебромъ. Присутствіе значительнаго количества сѣрнистаго натра можетъ вліять на точность этого опредѣленія.

д) *Ѣдкій натръ*. Къ 100 куб. сант. содоваго фильтрата въ большомъ стаканѣ примѣшиваютъ 1—2 капли фенолъ-фталейна и 150 куб. сант. 10-процентнаго хлористаго барія, разбавляютъ дистиллированной водою въ значительномъ количествѣ и титруютъ $\frac{1}{10}$ -нормальной щавелевой кислотой до обезцвѣчиванія. Фильтровать жидкость не рекомендуютъ, потому что фильтровальная бумага удерживаетъ значительное количество Ѣдкаго барита. Въмѣсто щавелевой кислоты, можно протитровать $\frac{1}{10}$ -нормальной соляною кислотой, только для титрованія берутъ не мутную жидкость, а прозрачную съ осѣвшаго углекислаго барія; въ приведенномъ случаѣ берутъ пипеткой 50 куб. сант.; при титрованіи соляною кислотой, въ качествѣ индикатора, употребляютъ метиль-оранжъ. 1 куб. сант. $\frac{1}{10}$ -нормальн. кислоты соотвѣтствуетъ 0,0031 гр. Na_2O или 0,004 гр. $NaOH$, при чемъ и сѣрнистый натръ принимается за Ѣдкій натръ.

е) *Сѣрнистый натръ* 100 куб. сант. раствора нагрѣваютъ до кипѣнія и, по прибавленіи амміака, титруютъ по каплямъ амміачнымъ растворомъ серебра до тѣхъ поръ, пока перестанетъ выдѣляться черный осадокъ Ag_2S . Для того, чтобы въ концѣ титрованія точнѣе прослѣдить образованіе осадка или его прекращеніе, рекомендуютъ профильтровать жидкость подъ конецъ и титровать дальше фильтратъ; и это повторяется нѣсколько разъ, пока еще будетъ замѣтна сколь-нибудь значительная муть фильтрата. Для приготовления амміачнаго серебрянаго раствора отвѣшиваютъ 13,845 гр. химически-чистаго серебра и растворяютъ навѣску въ чистой азотной кислотѣ, смѣшиваютъ растворъ съ 250 куб. сант. амміака и разбавляютъ до

1 л. Каждый куб. сант. раствора соотвѣтствуютъ 0,005 гр. Na_2S .

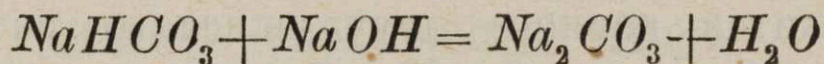
f) *Сѣрнистокислый натръ*. 100 куб. сант. содоваго фильтрата подкисляютъ уксусной кислотой, прибавляютъ $\frac{1}{2}$ куб. сант. прозрачнаго крахмального раствора и титруютъ $\frac{1}{10}$ нормальнымъ іоднымъ растворомъ до синяго окрашиванія. 2 атома іода соотвѣтствуютъ 1 частицѣ сѣрнистокислаго натра или 1 куб. $\frac{1}{10}$ норм. $J = 0,0063$ гр. Na_2SO_3 .

Отъ найденнаго по f) куб. сант. слѣдуетъ отнять то число, которое опредѣлено по e), предварительно перечисливъ его на сѣрнистокислый натръ, при чемъ 1 куб. сант. серебрянаго раствора = 1,3 куб. сант. $\frac{1}{10}$ норм. іоднаго раствора.

g) *Кремнекислый натръ и натріевъ алюминатъ*. 100 куб. сант. раствора въ большой фарфоровой чашкѣ подкисляются соляною кислотой и упариваются на водяной банѣ до-суха; остатокъ высушивается въ чашкѣ, подкисляется соляной кислотой; выдѣлившаяся кремне-кислота отфильтровывается и промывается для удаленія слѣдовъ хлора; послѣ сжиганія фильтра, прокаливается и взвѣшивается; въ фильтратѣ опредѣляется окись алюминія, осаждаемая амміакомъ.

h) *Двууглекислый натръ*. Его опредѣленіе основывается на свойствѣ двууглекислаго натра отъ прибавленія ѣдкаго натра переходитъ въ нормальную соду Na_2CO_3 .

Прибавляя къ содовому фильтрату избытокъ ѣдкаго натра, титръ котораго извѣстенъ, осаждающій углекислый натръ хлористымъ баріемъ и обратно титруя оставшійся ѣдкій натръ, по разности между обоими числами найдемъ содержаніе двууглекислаго натра въ содѣ; именно реакцію можно представить себѣ такъ:



1 молекула ѣдкаго натра эквивалентна, 1 молекулѣ двууглекислаго натра.

Для опредѣленія цѣлесообразно отвѣсить около 5 гр. образца, пересыпать въ литровый стаканъ и растворить

въ 100 куб. сант. ранѣе прокипяченной и потомъ до 15—20° охлажденной воды. Мѣшать и нагрѣвать не рекомендуется, такъ какъ двууглекислая сода можетъ тогда потерять углекислоту; напротивъ раствореніе соды раздавливаніемъ находящихся на днѣ частицъ можно ускорить. Теперь прибавимъ 25 куб. сант. $\frac{1}{2}$ нормального ѣдкаго натра, потомъ 150 куб. сант. 10%-наго раствора хлористаго барія и нѣсколько капель фенолъ-фталейна, все это разбавимъ 500 куб. сант. дистиллированной воды и обратно протитруемъ избытокъ щелока $\frac{1}{2}$ нормальной щавелевой кислотою.

Такъ какъ ѣдкій натръ въ большинствѣ случаевъ немного углекиселъ, то одновременно 25 куб. сант. его смѣшиваемъ съ 100 куб. сант. дистиллированной воды, приливаемъ 150 куб. сант. раствора хлористаго барія и нѣсколько капель фенолъ-фталейна и титруемъ $\frac{1}{2}$ нормальной щавелевой кислотою. Допустимъ, что при этомъ вмѣсто 25 куб. сант. было израсходовано щавелевой кислоты 24,73 куб. сант. Это число и соотвѣтствуетъ дѣйствительному содержанію ѣдкаго натра въ щелокѣ.

Разсчетъ: нами было взято для анализа 5 гр. соды, и для обратнаго титрованія употреблено 13,5 куб. $\frac{1}{2}$ норм. щавелевой кислоты. Въ такомъ случаѣ $24,75 - 13,5 = 11,25$ куб. сант. $\frac{1}{2}$ нормальн. щелока соотвѣтствуютъ двууглекислой содѣ; они равносильны $0,02 \times 11,25 = 0,225$ гр. ѣдкаго натра. По пропорціи: $40 (NaOH) : 84 (NaHCO_3) = 0,225 : x$; $x = 0,4725$ гр. или 9,45% двууглекислой соды.

і) Къ важнымъ опредѣленіямъ относится *влажность*. 2 гр. соды слабо прокаливаютъ въ платиновомъ тиглѣ и остатокъ взвѣшиваютъ. Разность между обоими взвѣшиваніями и будетъ составлять влажность соды. Если въ содѣ содержится немного двууглекислаго натра, то во время прокаливанія послѣдній разлагается, а также находящаяся въ содѣ свободная кремнекислота можетъ выдѣлить эквивалентное количество углекислоты. И въ такомъ случаѣ въ опредѣленіе влажности вкрадется небольшая неточность, поэтому рекомендуется просушиваніе соды для

удаленія влажности производить въ эксикаторѣ надъ концентрир. сѣрной кислотой.

Свѣжая сода не должна содержать $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{2}$ проц. влажности, и при тщательной упаковкѣ, даже по прошествіи нѣкотораго времени, немного болѣе 1 проц. влажности. При лежаніи во влажномъ воздухѣ, содержаніе воды можетъ увеличиться до 10 процентовъ.

Сводъ результатовъ анализа соды.

Если нерастворимыя составныя части опредѣлены такъ, какъ было выше описано, то дальнѣйшее вычисленіе будетъ очень просто. Количества натра, соотвѣтствующія вѣсому, потомъ кремнекислороду (Na_2SiO_3) и алюминату ($Na_2Al_2O_4$), сѣрнистому, сѣрнисто-кислороду и двууглекислороду перечисляются на углекислый натръ и сумма отнимается отъ результата, полученнаго по а); изъ разности мы найдемъ истинное содержаніе углекислаго натра въ содѣ.

Послѣдній можно опредѣлить, разложивъ навѣску соды соляною кислотой и опредѣливъ количество хлора вѣсовымъ или объемнымъ путемъ, а затѣмъ перечисливъ $NaCl$ на углекислый натрій; такой пріемъ въ нѣкоторыхъ случаяхъ слѣдуетъ предпочесть титримному пріему.

Содержаніе соды отмѣчается градусами. Нѣмецкіе градусы показываютъ содержаніе углекислаго натра въ содѣ, французскіе или Гей-Люссаковы содержаніе Na_2O . Градусы Декруазилля указываютъ, сколько вѣсовыхъ частей моногидрита сѣрной (H_2SO_4) нейтрализуется 100 частями соды. Упомянутые градусы между собою относятся такъ: 53,04 нѣмецкихъ градуса = 31,04 Гей-Люссаковымъ = 49 Декруазилля. Для сравненія ихъ я привожу въ концѣ книжки таблицу III.

Анализъ каустической соды

(подкаго натра).

Взять среднюю пробу каустической соды для анализа не такъ просто. Но задача упрощается, если мы беремъ пробу изъ плавильнаго котла, хотя и тогда не мѣшаетъ обра-

титъ вниманіе на тотъ фактъ, что сплавъ вверху, въ срединѣ и внизу котла неоднороденъ, поэтому лучше взять пробу изъ середины котла, а еще лучше нѣсколько пробъ, отобранныхъ въ различное время, смѣшать вмѣстѣ. Что касается до продажнаго ѣдкаго натра, то составъ его массы въ барабанѣ не вполне однороденъ; не все равно, изъ какой части барабана мы возьмемъ пробу; на основаніи этого рекомендуется куски для пробы брать въ различныхъ мѣстахъ барабана и, измельчивъ ихъ, наскоро перемѣшать.

Само собою, разумѣется, что общая щелочность опредѣляется нормальной кислотой подобно тому, какъ это мы дѣлали при анализѣ соды. Если работать съ метиль-оранжемъ, то сюда причисляются и углекислый, кремнекислый натръ, а также натріевъ алюминатъ. На присутствіе кремнекислаго натра и натріева алюмината, вслѣдствіе ихъ незначительнаго содержанія въ каустической содѣ (рѣдко больше $\frac{1}{4}$ проц.), обыкновенно не обращаютъ вниманія. Больше значенія имѣетъ—опредѣлить въ каустической содѣ содержаніе углекислаго натра, такъ какъ для нѣкоторыхъ цѣлей (напр. при плавкѣ ализариновой массы) такой ѣдкій натръ не только бесполезенъ, но даже вреденъ.

Люнге рекомендуетъ слѣдующій способъ, достаточно точный при незначительномъ содержаніи углекислаго натра въ ѣдкомъ натрѣ: взвѣшенное количество пробы растворяютъ въ 200 куб. сант. холодной—освобожденной отъ углекислоты предварительнымъ прокипаченіемъ—воды и медленно титруютъ нормальной сѣрною или соляною кислотой, по прибавленіи феноль-фталейна, до исчезновенія розоваго цвѣта. Въ этотъ моментъ ѣдкій натръ точно насыщенъ кислотой и углекислый натръ перешелъ въ двууглекислый. Теперь прибавляютъ къ титруемой жидкости пару капель метиль-оранжа и приливаютъ по каплямъ кислоту до появленія оранжеваго (розоваго) окрашиванія. Удвоенное число куб. сант. нормальной кислоты, израсходованной по прибавленіи метиль-оранжа, соотвѣтствуетъ содержащейся въ ѣдкомъ натрѣ углекис-

слоемъ соды (Na_2CO_3). Напр. 10 гр. ѣдкаго натра растворяютъ въ 500 куб. сант. дистиллированной воды; 50 куб. сант. (= 1 гр.) разбавляютъ холодной (предварительно прокипяченной) дистиллиров. водою и, по прибавленіи феноль-фталейна, титруютъ нормальной сѣрной кислотой. Допустимъ, что до исчезновенія розоваго цвѣта феноль-фталейна было израсходовано 18 куб. сант. кислоты, по прибавленіи метиль-оранжа израсходовано еще 0,8 куб. сант. нормальной к. Вычисленіе:

1 куб. сант. нормальной к. = 0,040 гр. $NaOH$ или
0,053 гр. Na_2CO_3 .

$$0,053 \times 1,6 \times 100 = 8,48\% Na_2CO_3.$$

$$0,040 \times (18 - 0,8) \times 10 = 68,80\% NaOH.$$

Въ качествѣ индикатора, вмѣсто метиль-оранжа и феноль-фталейна, можно употреблять *фенацетолинъ*. Титруемый растворъ подцвѣчивается нѣсколько каплями фенацетолена и титруется нормальной кислотой до появленія розоваго цвѣта. Тогда израсходованная кислота пошла на нейтрализацію наличнаго ѣдкаго натра. Кислоту продолжаютъ прибавлять до того момента, какъ жидкость превратится изъ интенсивно-красной въ желтую; второе отсчитанное число куб. сант. кислоты относится къ углекислому натру.

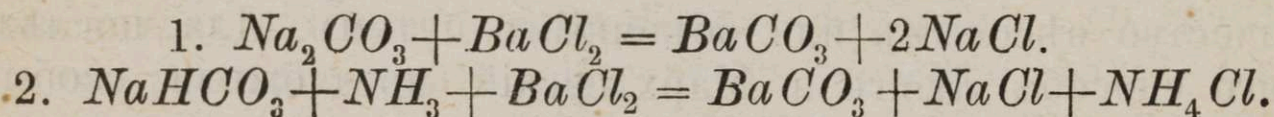
Въ присутствіи значительнаго или преобладающаго количества углекислаго натра въ каустической содѣ съ малымъ содержаніемъ ѣдкаго натра, — методъ неточенъ. Въ этомъ случаѣ, точный анализъ углекислоты, особенно въ спорныхъ случаяхъ, производятъ, вытѣсняя ее въ свободномъ видѣ соляною кислотой и опредѣляя ея количество вѣсовымъ или объемнымъ путемъ. Для послѣдняго способа Люнге и Мархлевскій предложили особый аппаратъ, извѣстный подъ названіемъ „универсальнаго газъ-волюметра“, но въ его описаніе здѣсь вдаваться мы не будемъ; напомнимъ, что по устройству онъ похожъ на ранѣе описанный нами въ главѣ о сѣрной кислотѣ аппаратъ Люнге для анализа селитры съ дополнительной колбочкой для разложенія и U-нымъ сосудомъ для

поглощенія выдѣлившейся углекислоты. Подобный аппаратъ нами будетъ описанъ въ анализахъ желѣза, стали и чугуна для опредѣленія углерода въ послѣднихъ.

Анализъ двууглекислой соды.

Качественная проба на углекислый натръ въ двууглекислой содѣ ведется слѣдующимъ образомъ: куркумовая бумажка не должна коричневѣть; растворъ 1 ч. двууглекислой соды въ 15 частяхъ воды съ растворомъ сулемы въ 2 ч. воды не долженъ давать желтаго осадка, который по прошествіи нѣсколькихъ минутъ перейдетъ въ коричневый цвѣтъ. Феноль-фталейнъ совершенно не окрашиваетъ раствора чистой двууглекислой соды, а появляющееся окрашиваніе указываетъ на присутствіе Na_2CO_3 ; впрочемъ, если въ двууглекислой содѣ содержится амміакъ, то эта проба не дѣйствительна.

Количественный анализъ двууглекислой соды сводится къ опредѣленію общей щелочности и углекислоты; а общая щелочность опредѣляется самымъ точнымъ образомъ путемъ титрованія нормальной кислотой съ примѣненіемъ метиль-оранжа. Углекислота опредѣляется по одному изъ многихъ способовъ, но предпочитается волюметрическое опредѣленіе въ аппаратѣ Люнге, извѣстномъ подъ названіемъ „универсальнаго газъ—волюметра“. Далѣе Люнге рекомендуетъ слѣдующій способъ опредѣленія углекислоты, связанной съ двууглекислымъ натромъ, а не съ среднимъ углекислымъ. Реакціи, лежащія въ основѣ способа, суть слѣдующія:



Если къ раствору двууглекислой соды прибавить избытокъ амміака (титръ котораго установленъ) и хлористаго барія,—въ любомъ количествѣ, то титруя обратно избытокъ амміака можно опредѣлить углекислоту, связанную въ двууглекисломъ натрѣ.

Растворимъ 0,4 гр. двууглекислой соды въ 20 куб. сант. воды (если же производимъ изслѣдованіе щелока, то возьмемъ 20 куб. сант. или больше, смотря по обстоятельствамъ) и смѣшаемъ въ колбѣ вмѣстимостью 100 куб. сант. съ 10 куб. сант. полунормального амміака ($= 8,5 NH_3$ въ литрѣ) и съ избыткомъ хлористаго барія, дольемъ холодной, прокипяченной водою до мѣтки, дадимъ жидкости отстояться въ хорошо заткнутой колбѣ, профильтруемъ чрезъ сухой фильтръ, возьмемъ пипеткой 50 куб. сант. фильтрата и протитруемъ нормальной соляною кислотою, которой пойдетъ напр. x куб. сант.

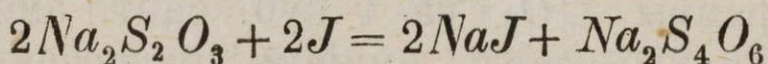
Формула: $11(10-x)$ тогда опредѣлитъ количество CO_2 , находящееся въ видѣ $NaHCO_3$ въ израсходованномъ количествѣ щелока, — въ миллиграммахъ. Если амміакъ неполнѣ полунормаленъ, чего добиться не представляетъ труда, то въ вышеприведенной формулѣ вмѣсто числа 11 можно соотвѣтственно поставить другое число, обозначающее миллиграммы CO_2 на 1 куб. сант. амміака и вмѣсто 10, число куб. сант. амміака, равнозначное 5 куб. сант. нормальной кислоты. Чтобы сравнить углекислоту двууглекислаго натра съ общей углекислотой, можно протитровать на холоду новую пробу раствора двууглекислой соды нормальной кислотою, употребивъ въ качествѣ индикатора 2—3 капли метиль-оранжа; израсходованное при этомъ число куб. сантиметровъ, умноженное на 22, дастъ намъ углекислоту, связанную съ углекислой содой. Последнее число, прибавленное къ первому, выразитъ въ суммѣ общую углекислоту.

Амміакъ можно замѣнить ѣдкимъ кали, но Люнге этого не рекомендуетъ, потому что ѣдкій кали или натръ трудно имѣть безъ слѣдовъ CO_2 , но разбавленный амміакъ ($1/2$ нормальн.) легче сохранить. (Но такое же возраженіе можно сдѣлать и противъ амміачныхъ растворовъ).

Анализъ сѣрноватистокислаго натра.

Сѣрноватисто-натріевая соль для фотографическихъ цѣлей должна быть химически чистой и абсолютно свобод-

ной отъ сѣрнистаго натра; послѣдній опредѣляется извѣстными реакціями на бумажку, пропитанную уксуснокислымъ свинцомъ или нитропруссиднымъ натріемъ. Содержаніе сѣрной кислоты легко опредѣлить хлористымъ бариомъ въ разбавленныхъ растворахъ (въ концентрированныхъ растворахъ можетъ осѣсть BaS_2O_3); если въ препаратѣ содержится известъ въ видѣ гипса, то ее можно осадить щавелевокислымъ аммоніемъ. Осадивъ сѣрководородъ сѣрнистаго натрія цинковымъ растворомъ и отфильтровавъ жидкость, можно опредѣлить сѣрнистую кислоту, подкисливъ фильтратъ уксусной кислотой и прибавивъ кусочекъ металлическаго цинка и немного нитропруссиднаго натрія;—тогда получается красное окрашиваніе. Чтобы опредѣлить количественно примѣси, можно соль протитровать $\frac{1}{10}$ нормальнымъ растворомъ іода съ употребленіемъ крахмала до синяго окрашиванія, при чемъ образуется тетратионовый натръ:



Такъ какъ кристаллическій сѣрноватистокислый натръ содержитъ 5 ч. кристаллизаціонной воды и частичный вѣсъ его 248, то по Винклеру для анализа берутъ или 2,48 гр. соли или 24,8 гр., растворяютъ въ чистой, прокипяченной водѣ (холодной), растворъ разводятъ до 1 л. и 25 куб. сантиметровъ титруютъ $\frac{1}{100}$ —іодомъ въ первомъ случаѣ, $\frac{1}{10}$ —іодомъ во второмъ;—предположимъ, что для титрованія мы израсходовали 24,2 куб. сантим. Находимъ: $25:100 = 24,2:X$; $X = 96,8\% Na_2S_2O_3 + 5H_2O$.

Въ смѣси съ другими соединеніями сѣры сѣрноватистокислый натрій опредѣляется болѣе сложнымъ путемъ, съ которымъ мы познакомимся въ анализѣ содоваго плава содовыхъ щелоковъ, желтаго щелока и т. д. и т. д.

Анализъ содоваго плава (пуддинга).

Правильно проведенный плавъ даетъ пуддингъ (каравай), легко отстающій отъ каретки и въ мѣстахъ, подвергающихся въ раскаленномъ состояніи дѣйствію воз-

духа, такъ напр. на поверхности, выходящей изъ каретки, онъ показываетъ печеночно-коричневый или желтокоричневый, на всей прочей поверхности темнокоричневый цвѣтъ. При раздробленіи хорошій плавъ имѣетъ свѣтлый шиферносѣрый цвѣтъ съ ноздреватымъ, почти пемзовымъ строеніемъ, онъ долженъ быть по возможности однороденъ и содержать небольшія угольные частицы, распределенныя въ массѣ тамъ и сямъ, но ни въ какомъ случаѣ не долженъ имѣть черныхъ или бѣлыхъ полосъ; тѣ и другія свидѣлствуютъ о плохомъ перемѣшиваніи плава. Очень много угля, въ видѣ крупинокъ, указываетъ на его избытокъ; а много бѣлыхъ полосъ — избытокъ извести. Плавъ считается не такъ хорошъ, если цвѣтъ каравая начнетъ переходить въ розоватый или фіолетовый тонъ. И внутри каравай долженъ имѣть однородный цвѣтъ, только къ стѣнкамъ быть нѣсколько темнѣе. Наружная корка при раздробленіи нелегко отдѣляется отъ внутренней части; для осмотра лучше разбить каравай въ срединѣ. Сплавы, которые снаружи до ихъ разбиванія, вмѣсто шиферносѣраго или чернокоричневаго, во всякомъ случаѣ сѣраго цвѣта, имѣютъ совершенно черный цвѣтъ, — почти всегда принадлежатъ къ плохимъ сплавамъ по качеству; они или недостаточно долго были въ огнѣ или во время работы не были тщательно перемѣшаны. Не разбивая ихъ, можно съ увѣренностью сказать, что внутри ихъ есть непережженный уголь. Конечно, это можетъ зависѣть и отъ избытка угля; но тогда онъ обнаружится при всѣхъ сплавахъ, а не только въ данномъ отдѣльномъ случаѣ. Поэтому черный плавъ надо приписать лишь неудовлетворительной переработкѣ. Плавъ, съ плотнымъ наружнымъ видомъ и блѣдно-красными пятнами, — очень сомнительный плавъ. Съ увѣренностью это можно сказать лишь послѣ раздробленія плава, и тогда въ самомъ дурномъ случаѣ кирпичная окраска плава оправдываетъ наше предположеніе; въ болѣе слабой степени мы найдемъ блѣдно-красный или фіолетово-красный цвѣтъ всей массы или отдѣльных его частей. Такой сплавъ будетъ рыжій или пережженный; происходитъ это, если плавъ на поду

пламенной печи перегрѣть или передержанъ, и конечно, по винѣ рабочаго. Это явленіе легче случается, если работаютъ съ крайне малымъ количествомъ мѣла или известняка, чѣмъ при работѣ съ ихъ избыткомъ. Поэтому въ интересахъ рабочаго работать съ избыткомъ, напротивъ интересы заводчика—какъ можно меньше известняка или мѣла.

Ходъ анализа.

Тщательно отбираютъ среднюю пробу изъ разныхъ мѣстъ плава, раздробляютъ отдѣльные куски, перемѣшиваютъ, толкутъ въ желѣзной ступкѣ и затѣмъ тщательно растираютъ въ фарфоровой ступкѣ. Отвѣшиваютъ 53 гр. полученнаго порошка, пересыпаютъ его въ литровую колбу и обливаютъ нагрѣтой до 45° Ц. дистиллированной водою, предварительно прокипяченной для удаленія CO_2 и O . Для лучшаго растворенія рекомендуютъ взбалтывать колбу въ продолженіе 2-хъ часовъ. Безъ частаго перемѣшиванія на днѣ образуется твердый остатокъ (плотный слой), который съ трудомъ выщелачивается.

1. *Свободная известь.* По прошествіи двухъ часовъ, доливаютъ колбу до мѣтки, и изъ колбы, послѣ сильнаго перемѣшиванія и взбалтыванія, берутъ пипеткой около 5 куб. сант. *мутнаго щелока* для опредѣленія свободной извести, и другіе 5 куб. сант. для опредѣленія общей извести. Такъ какъ обыкновенная пипетка можетъ засориться, то рекомендуютъ *пипетку объемомъ 5 куб. сант. съ короткимъ, но широкимъ остриемъ*. Приставшій снаружи осадокъ смываютъ, пипетку опоражниваютъ въ стаканъ, смываютъ водою, прибавляютъ избытокъ хлористаго барія и каплю раствора феноль-фталейна и титруютъ $\frac{1}{5}$ нормальной щавелевой кислотою до исчезновенія розоваго окрашиванія. Если жидкость была тщательно перемѣшана, то отдѣльныя пробы дадутъ всегда согласные результаты. Каждый куб. сант. $\frac{1}{5}$ нормальной щавелевой кислоты = 0,0056 гр. CaO .

2. *Общая известь.* Это опредѣленіе ведутъ такъ: вся находящаяся на лицо известь соляною кислотою перево-

дится въ хлористый кальцій, избытокъ кислоты точно нейтрализуется содою; хлористый кальцій прилитіемъ $\frac{1}{5}$ нормальной соды осаждается въ видѣ CaCO_3 , а излишнее количество прилитой соды титруется соляною кислотою и отнимается отъ общаго количества израсходованной соды. Въ конической колбѣ къ 5 куб. сант. *мутнаго щелюка* прильемъ нѣсколько куб. сант. соляной кислоты и смѣсь нагрѣемъ до кипѣнія для удаленія всякихъ слѣдовъ CO_2 и H_2S . Послѣ этого прибавимъ каплю метилъ-оранжа и точно нейтрализуемъ избытокъ кислоты растворомъ соды до исчезновенія розоваго цвѣта. Сверхъ того, прильемъ еще 30—40 куб. сант. $\frac{1}{5}$ нормальнаго углекислаго натра и вторично нагрѣемъ смѣсь до кипѣнія. Теперь вся известь осядетъ въ видѣ углекислаго кальція, впрочемъ кромѣ послѣдняго въ осадокъ перейдетъ немного окиси желѣза, глинозема и магнезіи, но ихъ количество столь незначительно, что не можетъ вліять на результаты анализа. Теперь опредѣлимъ титрованіемъ неизрасходованный углекислый натръ: смоемъ все содержимое конической колбы въ колбу вмѣстимостью 200 куб. сант., наполнимъ ее до мѣтки, отфильтруемъ 100 куб. сант. и протитруемъ $\frac{1}{5}$ нормальной соляной кислотою (въ случаѣ надобности прибавимъ 2—3 капли метилъ-оранжа, хотя онъ раньше былъ введенъ въ количествѣ одной капли). Пусть израсходованное количество соляной кислоты = n куб. сант. Тогда общая известь = $(30 - 2n) 0,0056 \text{ CaO}$, или перечисляя на $\text{CaCO}_3 = (30 - 2n) 0,00100 \text{ CaCO}_3$.

(NB. Надо замѣтить, что эти пробы не даютъ точныхъ результатовъ и только помогаютъ намъ ориентироваться въ дѣлѣ плавленія, потому что нельзя получить настоящей средней пробы. Такое замѣчаніе относится ко всѣмъ опредѣленіямъ, производимымъ надъ сырымъ плавомъ).

Взявъ обѣ пробы раствора для опредѣленія извести, литровую колбу заткнемъ пробкою и оставимъ ее спокойно стоять до освѣтленія, потомъ беремъ для каждаго опредѣленія особую пробу отстоявшейся жидкости. Такихъ пробъ дѣлается пять: для опредѣленія Na_2CO_3 ,

$NaOH$, Na_2SO_4 , Na_3S и Na_2SO_3 (или $Na_2S_2O_3$), наконец $NaCl$.

3. *Углекислый натръ.* 20 куб. сант.(=1,006 гр. содоваго плава) титруютъ на холоду нормальной соляною кислотою съ прибавленіемъ капли метиль-оранжа. Этимъ путемъ мы опредѣлимъ общую щелочность (т. е. Na_2CO_3 , $NaOH$ и Na_2S); перечислимъ ее на Na_2SO_4 ; если къ этому количеству теперь прибавимъ Na_2SO_4 , содержащейся въ плавъ, то получимъ общее количество натра въ видѣ Na_2SO_4 . Съ другой стороны, если отъ общей щелочности отнимемъ количества, найденныя въ 4 и 5 пунктахъ, то получимъ все количество Na_2CO_3 , считая каждый куб. сант. нормальной кислоты=0,053 гр. Na_2CO_3 .

4. *Ѣдкій натръ.* Растворяя 20 куб. сант. щелока (=1,006 гр. содоваго плава) въ стаканѣ въ 100 куб. сант. воды и осаждая соду избыткомъ хлористаго барія (для этого достаточно 15 куб. сант. 10 %-наго раствора хлористаго барія), титруемъ Ѣдкій натръ, по прибавленіи феноль-фталейна нормальной соляною кислотою до исчезновенія краснаго окрашиванія. Каждый куб. сантим. кислоты = 0,040 гр. $NaOH$ въ пятидесятой части всего количества плава. При этомъ сѣрнистый натръ принимается за $NaOH$. Все же количество $NaOH=n$. $0,040 \times 50$ гр. или %.

5. *Сѣрнистый натръ.* Разбавимъ прокипяченною, охлажденною дистиллированою водою 20 куб. сант. отстоявшагося щелока до 200 куб. сант., подкислимъ уксусною кислотою и быстро протитруемъ іоднымъ растворомъ, употребляя въ качествѣ индикатора крахмалъ. Если титровать $\frac{1}{10}$ нормальнымъ растворомъ іода (12,7 гр. I въ литрѣ), то каждый куб. сант. его соотвѣтствуетъ 0,0039 гр. Na_2S ; можно пользоваться также растворомъ 3,256 гр. I въ литрѣ; каждый куб. сант. такого раствора показываетъ 0,001 гр. Na_2S .

6. *Хлористый натрій.* Нейтрализуемъ 20 куб. сант. раствора (=1,006 гр. сырого плава) азотною кислотою; лучше нейтрализовать нормальной азотною кислотою (63 гр. HNO_3 въ 1 л.), прибавивъ послѣдней столько

куб. сант., сколько потребовалось въ 3) соляной кислоты, нагрѣмъ до кипѣнія, чтобы удалить весь сѣрнистый водородъ, отфильтруемъ отъ осѣвшей сѣры, прибавимъ немного хромовокалиевой соли и протитруемъ серебрянымъ растворомъ. Каждый куб. сант. $\frac{1}{10}$ нормальнаго серебрянаго раствора соотвѣтствуетъ 0,00585 гр. $NaCl$ или 1 куб. сант. раствора, содержащаго въ литрѣ 2,906 гр. $AgNO_3$, = 0,601 гр. $NaCl$.

7. 20 куб. сант. свѣтлаго (прозрачнаго) раствора подкислимъ небольшимъ избыткомъ соляной кислоты, доведемъ до кипѣнія, смѣшаемъ съ кипящимъ растворомъ хлористаго барія, дадимъ отстояться, спустимъ свѣтлую жидкость съ осадка, снова промоемъ, еще разъ свѣтлую жидкость спустимъ съ осадка, послѣдній профильтруемъ, промоемъ на фильтрѣ, высушимъ, осадокъ соберемъ съ фильтра, прокалимъ, фильтръ сожжемъ отдѣльно, пепелъ присоединимъ къ прокаленному осадку, еще разъ прокалимъ и взвѣсимъ. Небольшое количество осадка можно промыть горячей водою прямо на фильтрѣ, перенести во влажномъ видѣ въ платиновый тигель и прокалить. Каждая вѣсовая часть $BaSO_4$ = 0,6094 гр. Na_2SO_4 .

8. Для отдѣленія *сѣрнистокислаго натра* Na_2SO_3 отъ *сѣрноватистокислаго* $Na_2S_2O_3$ Кальманномъ и Шюллеромъ предложенъ хлористый барій такъ какъ въ щелочныхъ растворахъ $BaSO_3$ совершенно не растворимъ, напротивъ BaS_2O_3 растворяется при большомъ разбавленіи. Опредѣленіе ведутъ такъ:

а) Взявъ нѣсколько куб. сантиметровъ щелока титруемъ его нормальной кислотой съ метиль-оранжемъ. Кислота показываетъ $Na_2CO_3 + Na_2S + NaOH +$ половину Na_2SO_3 .

б) Точно такой объемъ щелока подкислимъ уксусною кислотой и протитруемъ по прибавленіи крахмальнаго раствора $\frac{1}{10}$ нормальнымъ іодомъ; это дастъ $Na_2S + Na_2SO_3 + Na_2S_2O_3$.

в) Двойной сравнительно съ а) и б) объемъ щелока осаждается щелочнымъ цинковымъ растворомъ, половина отфильтровывается и послѣ подкисленія какъ въ б) титруется $\frac{1}{10}$ нормал. іодомъ; получимъ $Na_2S_2O_3 + Na_2S_2O_3$.

г) Тройной или четверной объемъ щелока осаждается избыткомъ хлористаго барія, доливається горячей водою до опредѣленнаго объема и фильтруется. 1) $\frac{1}{3}$ — $\frac{1}{4}$ фильтра титруется нормальной кислотой, это дастъ намъ количество $NaOH$ и Na_2S и 2) $\frac{1}{3}$ — $\frac{1}{4}$ подкислимъ уксусною кислотой и протитруемъ іодомъ. Na_2SO_3 вычисляется по б) и г)., 2) сѣрнистый натрій по б) и в); сѣрноватистокислый натръ по г. 2) (б—в); ѣдкій натръ по г. 1) (б—в); углекислый натръ по а) до (а, 1, б, в).

Для непосредственнаго опредѣленія CO_2 въ содовомъ плавлѣ, щелокахъ и т. д. одновременно съ Na_2S , Na_2SO_3 и $Na_2S_2O_3$, рекомендуется къ ислѣдуемому раствору прибавить марганцовокаліевой соли и вытѣсняемый разбавленною сѣрною кислотой газъ пропустить чрезъ систему поглотительныхъ трубокъ, которыя содержатъ: 1) марганцовокислый калий; 2) хлористый кальцій; 3) ѣдкій кали; послѣдняя трубка соединена съ аспираторомъ для высасыванія воздуха. Вмѣсто такого способа, напоминающаго давно извѣстный способъ Фрезеніуса, который очень кропотливъ и въ рукахъ неособенно опытнаго работника едва ли надеженъ, Люнге рекомендуютъ газъ-волюметрическій способъ въ аппаратѣ „универсальномъ газъ-волюметрѣ“.

Анализъ содоваго щелока.

Ведется точно такимъ же способомъ, какъ соды или сырого плава.

Опредѣленіе желѣзистосинеродистаго натрія.

Возьмемъ пипеткой 20 куб. сант. щелока, а при незначительномъ содержаніи ціана,—болѣе, подкислимъ соляною кислотой и будемъ приливать изъ бюретки крѣпкій растворъ хлорной извести по каплямъ, при чемъ содержимое въ стаканѣ будемъ все время помѣшивать палочкой. Время отъ времени беремъ каплю смѣси палочкой и перенесемъ ее къ каплѣ разбавленнаго хлорнаго желѣза, не содержащаго хлористаго; чтобы яснѣе видѣть цвѣ-

товой эффектъ, каплю помѣстимъ на бѣлую тарелку. Если при этомъ мы не видимъ больше синяго цвѣта, напротивъ смѣсь обѣихъ капель показываетъ коричневый цвѣтъ, то весь желѣзистосинеродистый натръ окислился въ желѣзосинеродистый. Капля раствора хлорной извести, прилитая сверху мѣры, не можетъ повредить дѣлу; но если было введено слишкомъ много окислителя, то лучше сдѣлать новую пробу, при чемъ количество спускаемой изъ бюретки хлорной извести во второй разъ можно съ точностью угадать по предшествующей. Этотъ способъ даетъ лучшіе результаты и удается скорѣе, чѣмъ приливаніе раствора хлорной извести въ избытокъ и удаленіе хлора нагрѣваніемъ, при чемъ желѣзосинеродистый натръ легко разлагается.

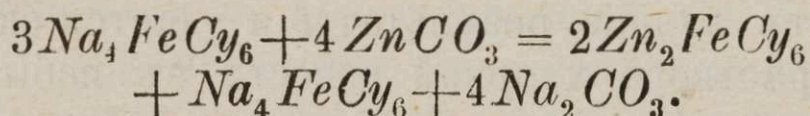
Къ окисленной жидкости изъ бюретки, наполненной $\frac{1}{10}$ нормальнымъ мѣднымъ купоросомъ, будемъ приливать послѣдній по каплямъ; осаждается желтый осадокъ $Cu_3Fe_2Cu_{12}$. Время отъ времени пробуемъ конецъ реакціи, для этого возьмемъ каплю мутной жидкости стеклянной палочкой и соединимъ съ каплей разбавленнаго желѣзнаго купороса, помѣщеннаго на фарфоровую тарелку. Разъ еще наблюдается синее окрашиваніе отъ дѣйствія $FeSO_4$ на содержащійся въ растворѣ желѣзосинеродистый натръ, продолжаютъ прибавлять мѣдный купоросъ, пока проба на тарелкѣ перестанетъ синѣть или давать сѣрый тонъ, но перейдетъ въ замѣтно красноватый. Тогда въ растворѣ нѣтъ больше $Na_6Fe_2Cu_{12}$; желѣзо на тарелкѣ возстановляетъ желтую желѣзосинеродистую мѣдь въ красную желѣзистосинеродистую мѣдь. Первое замѣтное покраснѣніе принимается за конецъ реакціи, хотя послѣ короткаго времени оно снова исчезаетъ. Каждый куб. сант. мѣднаго купороса соотвѣтствуетъ 0,01013 гр. Na_4FeCu_6 ; однако по новѣйшимъ изслѣдованіямъ мѣднаго купороса пойдетъ меньше; именно: каждый куб. сант. его = 0,0123 гр. Na_4FeCu_6 .

Еще лучше установить отдѣльной пробой надъ чистымъ желѣзистосинеродистымъ натромъ, сколькоимъ миллиграммамъ его соотвѣтствуетъ 1 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нормальнаго мѣднаго раствора.

Примѣчаніе. $\frac{1}{10}$ нормальн. мѣдный купоросъ готовится раствореніемъ 12,475 гр. кристаллическаго мѣднаго купороса въ литръ дистиллир. воды.

Еще способъ:

Пропускаютъ чрезъ растворъ желѣзистосинеродистаго натра, по прибавленіи углекислаго цинка и при нагрѣваніи, струю углекислаго газа и часть фильтрата титруютъ метиль-оранжемъ и нормальной сѣрной кислотой; щелочность, которая теперь и будетъ опредѣлена, соотвѣтствуетъ образовавшемуся углекислому натру по равенству:



Если бы щелокъ показывалъ щелочную реакцію отъ присутствія углекислой и сѣрнистой щелочи, какъ въ данномъ случаѣ и будетъ, то отъ общей щелочности, найденной послѣ обработки углекислымъ цинкомъ, отнимемъ щелочность, найденную до обработки послѣднимъ реактивомъ.

Общее количество ціанистыхъ соединеній.

100 гр. крупно-измельченнаго сырого плава помѣщаютъ въ желѣзную трубку 75 сант. длиною и 18 мм. шириною и закрываютъ съ обѣихъ сторонъ сначала азбестовыми пробками и затѣмъ пробками, въ которыя воткнуты стеклянныя трубки. Въ печи для органическаго сожженія накаливаетъ желѣзную трубку до темно-краснаго цвѣта и пускаетъ въ одинъ ея конецъ водяной паръ, а другой конецъ соединяетъ съ пріемникомъ, наполненнымъ нормальной кислотой: амміакъ, будто бы количественно выдѣляющійся изъ ціанистыхъ соединеній, и будетъ поглощаться опредѣленнымъ объемомъ кислоты. Операцию можно окончить въ $\frac{1}{4}$ часа (Havliezek, Journ. Soc. Chemie-Industrie 1889, p. 353).

Анализъ содоваго остатка.

Рекомендуется взять изъ массы возможно точный образецъ средняго состава, который сохраняется въ закупо-

ренныхъ стеклянкахъ. По возможности быстро, отвѣшиваятъ 50 гр. его во влажномъ видѣ (если хранить его на воздухѣ, то онъ окисляясь значительно измѣняется въ своемъ составѣ). Безъ большой погрѣшности можно допустить, что влажность содоваго остатка равняется 40 проц. общаго вѣса, въ чемъ можно убѣдиться съ точностью, дѣлая особое опредѣленіе.

Взятые 50 гр. настаиваются съ 490 куб. сант. воды при 40° , что даетъ 500 куб. сант. жидкости.

1. *Полезный натръ* (Na_2CO_3 или Na_2S). Черезъ 100 куб. жидкости пропускаемъ струю хорошо промытой углекислоты, нагреваемъ до кипѣнія, снова доливаемъ объемъ до 100 куб. сант., фильтруемъ чрезъ сухой фильтръ и титруемъ 50 куб. сант. фильтрата $\frac{1}{10}$ нормальнымъ растворомъ соляной кислоты; каждый куб. сант. послѣдней соотвѣтствуетъ $0,0031 Na_2O$ или, послѣ перечисленія на проценты, каждый ея куб. сант. соотвѣтствуетъ 0,062 проц. Na_2O во влажномъ остаткѣ.

2. *Общій натръ* (включая сюда нерастворимыя натровыя соли). Это крайне хлопотливое изслѣдованіе предпринимается лишь въ исключительныхъ случаяхъ. Нагреваемъ 17,71 гр. содоваго остатка въ фарфоровой или желѣзной чашкѣ съ сѣрной кислотой 50° Б. до полнаго распусканія массы и ея превращенія въ густое тѣсто, упариваемъ досуха и нагреваемъ до удаленія всякой свободной сѣрной кислоты, прибавляемъ кипящей воды, вынимаемъ (выгребаемъ) содержимое чашки деревянной лопаткой, помещаемъ въ цилиндръ вмѣстимостью 250 куб. сант. Теперь для нейтрализаціи оставшейся кислоты и для осажденія магнезіи, приливаемъ немного чистаго известковаго молока (полученнаго изъ обыкновенной гашеной извести сливаніемъ первой, насыщенной воды), доливаемъ до мѣтки, даемъ отстояться, пипеткою возьмемъ 50 куб. сант. прозрачнаго раствора, прибавимъ 10 куб. сант. насыщенной баритовой воды, профильтруемъ смѣсь чрезъ сухой фильтръ, возьмемъ 50 куб. сант. фильтрата, осадимъ весь баритъ пропусканіемъ CO_2 и кипяченіемъ, профильтруемъ и фильтратъ протитруемъ нормальной соляной кислотой. Ка-

ждый куб. сант. израсходованной кислоты, при употребленіи указаннаго количества анализируемаго вещества, соотвѣтствуетъ 1 проценту Na_2O въ содовомъ остаткѣ.

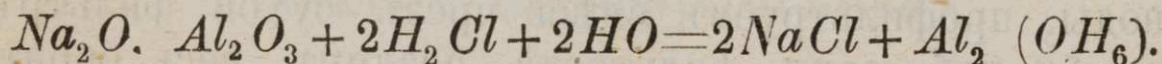
3. *Общая и окисляемая сѣра*. Прокипятимъ 2 гр. остатка съ соляной кислотой, профильтруемъ, промоемъ разбавленною соляною кислотою, усреднимъ фильтратъ содой, но не до конца, осадимъ хлористымъ баріемъ, снова профильтруемъ, промоемъ и прокалимъ сѣрноокислый барій: найденный вѣсъ сѣрноокислаго барія перечислимъ на SO_3 . Обозначимъ сѣру, вычисленную въ видѣ SO_3 , буквой *a*.

Другая проба: около 2 гр. остатка смѣшивается съ избыткомъ крѣпкаго раствора хлорной извести и соляной кислоты до окисленія всей сѣры въ сѣрную кислоту; необходимо, чтобы отъ пробы сильно пахло хлоромъ. Потомъ профильтруемъ и опредѣлимъ SO_3 въ фильтратѣ хлористымъ баріемъ; такимъ образомъ мы получимъ всю сѣру. Обозначимъ ее буквой *b*. Разность ($b-a$) даетъ окисляемую сѣру въ содовомъ остаткѣ, такимъ образомъ теоретическій максимумъ сѣры, которую возможно обратно добыть изъ остатковъ.

Алюминатъ натрія.

Онъ содержитъ въ большинствѣ случаевъ рядомъ со своими главными частями Na_2O и Al_2O_3 —незначительныя количества нерастворимаго въ водѣ остатка, кремнекислоту и слѣды желѣза; все это опредѣляется извѣстнымъ образомъ.

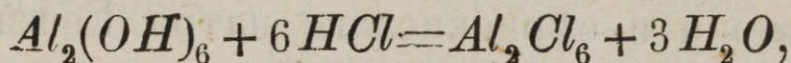
Опредѣленіе натра и глинозема производится титрометрически, по способу Люнге. Этотъ способъ основывается на слѣдующемъ свойствѣ алюмината: если къ раствору алюмината натрія будетъ приливать соляную кислоту, то прежде всего нейтрализуется натръ (Na_2O) съ выдѣленіемъ гидрата глинозема по слѣдующему равенству:



При чемъ если мы къ раствору прильемъ 2—3 капли феноль-фталейна, то его обезцвѣчиваніе наступитъ, какъ

только кислотою будетъ нейтрализованъ весь натръ. И такъ обезцвѣчиваніе въ этомъ случаѣ можно принять за конецъ нейтрализаціи Na_2O , именно: 2 частицы соляной кислоты соотвѣтствуютъ 1 частицѣ Na_2O или, при употребленіи полунормальной соляной кислоты, 1 куб. сант. послѣдней соотвѣтствуетъ 0,0155 гр. Na_2O .

Если мы будемъ дальше продолжать приливаніе соляной кислоты и, въ качествѣ индикатора, введемъ въ растворъ нѣсколько капель раствора метиль-оранжа, то розовое окрашиваніе только тогда появится, когда весь выдѣлившійся гидратъ глинозема перейдетъ обратно въ растворъ, по равенству:



т. е. на 1 частицу окиси глинозема потребуются 6 частицъ HCl , или 1 куб. сант. $\frac{1}{2}$ нормальной соляной к. соотвѣтствуетъ 0,0085 гр. Al_2O_3 .

Для выполненія анализа, около 0,5 гр. алюмината натрія растворимъ въ горячей водѣ и, по прибавленіи феноль-фталейна, будетъ титровать растворъ $\frac{1}{2}$ нормальной соляной кислотою до обезцвѣчиванія. Израсходованное количество соляной кислоты отмѣтимъ, прибавимъ 1—2 капли метиль-оранжа и будемъ титровать той же кислотою до постояннаго окрашиванія въ розовый цвѣтъ. На основаніи вышесказаннаго, расчетъ на Na_2O и Al_2O_3 понятенъ.

Примѣръ: на 0,5 гр. алюмината натрія до обезцвѣчиванія феноль-фталейна пошло 8,5 куб. сант. $\frac{1}{2}$ нормальн. кислоты; до появленія розоваго цвѣта метиль-оранжа потребовалось 15,35 куб. сант. Итакъ въ 0,5 гр. алюмината натрія.

Na_2O содержится $8,5 \times 0,0155$ гр. = 0,13175 гр.

Al_2O_3 „ $15,75 \times 0,0085$ гр. = 0,13045 гр.

Отсюда перечислимъ на проценты; для этого 0,013175 и 0,13045, каждое по отдѣльности, помножимъ на 200, такъ какъ навѣска 0,5 гр. въ 200 разъ легче 100 гр.

Анализъ кріолита.

Кріолитъ—двойная соль фтористаго алюминія и натрія; его формула $Na_3 AlF_6$; раньше былъ единственнымъ исходнымъ матеріаломъ для полученія алюмината натрія; теперь съ успѣхомъ замѣняется бокситомъ.

Анализъ кріолита. При умѣренномъ нагрѣваніи подъ хорошей тягой обрабатываютъ 1 гр. минерала, измельченнаго въ порошокъ, въ платиновой чашкѣ 5 куб. сантиметрами сѣрной кислоты. Когда раствореніе будетъ окончено, растворъ выпариваютъ досуха и нагрѣваютъ до краснаго каленія. Такимъ образомъ получается смѣсь сѣрно-кислаго алюминія и сѣрно-кислаго натра. Ее взвѣшиваютъ, потомъ смѣсь обрабатываютъ водою и соляною кислотою, фильтруютъ для отдѣленія кремнекислоты, если она содержится въ минералѣ. SiO_2 промываютъ на фильтрѣ, фильтръ вмѣстѣ съ осадкомъ высушиваютъ, потомъ сжигаютъ и взвѣшиваютъ. Фильтратъ дѣлятъ на нѣсколько частей. Къ одной части, при нагрѣваніи до кипѣнія, прибавляютъ горячій растворъ хлористаго барія (избытокъ) и этимъ путемъ осаждаютъ сѣрно-кислый барій, его отфильтровываютъ, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ (общія условія осажденія и полученія сѣрно-кислаго барія см. стр. 2-го выпуска Технич. Анализа или Аналит. химію Меньшуткина). Зная вѣсъ $BaSO_4$, перечислимъ его на SO_3 , который связанъ въ остаткѣ съ $Al_2O_3 + Na_2O$.

Въ другой части фильтрата опредѣлимъ количество Al_2O_3 обрабатывая жидкость амміакомъ. Зная Al_2O_3 , получимъ изъ разности Na_2O . Отъ общаго количества Al_2O_3 и Na_2O мы заключаемъ къ Al и Na ; перечисливъ ихъ на проценты и отнявъ сумму отъ 100, разность приходится на F .

Примѣры анализа:

	I	II
Al	12,55	13,00
Na	33,20	32,93
F	54,35	54,07
	100,00	100,00

Анализъ боксита.

Бокситъ почти главный источникъ соединеній алюминія. Это—водная окись алюминія, съ большей или меньшей примѣсью окиси желѣза, кремнекислоты и (часто) титанистой кислоты. Вотъ примѣры анализа боксита:

	1 ^o	2 ^o	3 ^o
Гидратная вода. . . .	33,43	32,00	18,66
Кремнекислота. . . .	0,80	2,66	26,50
Окись желѣза. . . .	0,47	0,47	0,25
титанистая к. . . .	4,20	4,06	3,11
окись алюминія. . . .	61,10	60,81	51,64
Итого	100,00	100,00	100,16

Анализъ боксита.

SiO_2 . Отвѣшиваютъ 1,5 гр. превращеннаго въ мельчайшій порошокъ боксита, предварительно высушеннаго при 100° Ц. и сохраняемаго въ стеклянкахъ съ пробкой для предохраненія отъ влажности.

Навѣску растворяютъ въ фарфоровой чашкѣ, обливая ее 50 куб. сантиметрами кислотной смѣси, состоящей изъ

100 куб. сант.	HNO_3 уд. вѣса	1,42
300 " "	HCl , "	1,20
600 " "	H_2SO_4 (25%-на к.)	

Слабо нагрѣваютъ до появленія бѣлыхъ паровъ, которые выгоняютъ нагрѣваніемъ въ продолженіе 15 минутъ.

Послѣ охлажденія растворяютъ остатокъ въ 100 куб. сант. воды и кипятятъ въ продолженіе 10 минутъ. Фильтруютъ и остатокъ промываютъ, фильтратъ и промывныя воды собираютъ вмѣстѣ (но не слѣдуетъ, чтобы жидкости и промывныхъ водъ было больше 200 куб. сант.).

Остатокъ высушиваютъ, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ. Онъ главнымъ образомъ состоитъ изъ кремнекислоты, загрязненной слѣдами титанистой к., окиси желѣза и алюминія. Теперь остатокъ обрабатываютъ 3 каплями сѣрной к. и 5 куб. сант. фтористоводородной кислоты въ плати-

новой чашкѣ. Кремнекислота превращается въ кремнефтористоводородную кислоту, которая и улетаетъ при нагреваніи. Прокаливаютъ; разница въ вѣсѣ приходится на SiO_2 .

Остатокъ, послѣ улетучиванія кремнефтористоводородной к., сплавляютъ съ 1 гр. кислаго сѣрнокислаго калия, обратываютъ водою и фильтруютъ для отдѣленія малаго количества SiO_2 ; послѣднюю промываютъ водою, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ; потомъ прибавляютъ этотъ вѣсъ къ количеству, полученному раньше при улетучиваніи кремнефтористоводородной кислоты. Фильтратъ же присоединяютъ къ первому фильтрату, и тогда ихъ смѣсь содержитъ всю титанистую кислоту, окись желѣза и алюминія. ($TiO_2 + Fe_2O_3 + Al_2O_3$). Доливаютъ профильтрованную жидкость до 300 куб. сант., а если ея больше, то упариваютъ до этого объема и берутъ пипеткой 100 куб. сант. раствора = 0,5 гр. боксита. Разбавляютъ это количество до 300 куб. сант., прибавляютъ нѣсколько куб. сантиметровъ соляной кислоты и избытокъ амміака; кипятятъ въ продолженіе пяти минутъ и собираютъ осадокъ на фильтръ, промываютъ, сушатъ, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ. Этотъ осадокъ составляетъ $TiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3$.

TiO_2 . Берутъ пипеткой 100 куб. сант. фильтрата = 0,5 гр. боксита, разбавляютъ до 500 куб. сант. дистиллированной водою, точно нейтрализуютъ амміакомъ и слегка подкисляютъ, приливъ 1 куб. сант. сѣрной кислоты (25%). Потомъ возстановляютъ желѣзо, приливая 20—30 куб. с. сѣрнистой кислоты (водный растворъ) и кипятятъ въ продолженіе часа, подливая воду по мѣрѣ упариванія. При этомъ *титанистая кислота* выдѣлится въ видѣ бѣлыхъ хлопьевъ, которые отфильтровываются, промываются, прокаливаются и взвѣшиваются.

Fe_2O_3 . Берутъ остальные 100 куб. сант. жидкости = 0,5 гр. боксита и прибавляютъ 10 куб. сант. H_2SO_4 (25%-ной) и 1 гр. цинка въ порошокъ. Послѣ возстановленія желѣза въ закисную соль, титруютъ растворъ при помощи марганцовокалиевой соли, какъ это дѣлается для опредѣленія закиснаго желѣзнаго соединенія.

Al_2O_3 . Окись алюминія получаютъ изъ разности. Для этого достаточно отнять отъ всего количества $TiO_2 + Fe_2O_3 + Al_2O_3$ сумму найденныхъ TiO_2 и Fe_2O_3 .

Въ фильтратѣ же и промывныхъ водахъ опредѣляютъ окись алюминія обычнымъ путемъ, т. е. осажденіемъ амміакомъ.

Гидратная вода и органическія вещества.

Опредѣляютъ прокаливаніемъ до красна извѣстной нивѣски. Прокаливаніе повторяютъ до постояннаго вѣса.

Анализъ соленыхъ растворовъ, насыщенныхъ амміакомъ.

Хлористый натръ опредѣляютъ въ насыщенномъ амміакомъ растворѣ, нейтрализуя летучую щелочь азотной кислотою (при чемъ не слѣдуетъ приливать избытка послѣдней; даже лучше, чтобы реакція оставалась слабо-щелочной), прибавляя 2 — 3 капли хромовокислаго калия и титруя серебромъ до появленія розоваго оттѣнка, при чемъ 1 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нормальнаго серебрянаго раствора соотвѣтствуетъ 0.00585 гр. $NaCl$. Впрочемъ, въ большинствѣ случаевъ заводской практики употребляютъ особый серебряный растворъ, содержащій 2,906 гр. $AgNO_3$ въ литрѣ, и кубическій сант. котораго соотвѣтствуетъ 0,001 гр. $NaCl$. Отъ количества серебрянаго раствора, израсходованнаго при титрованіи, Люнге рекомендуетъ отнять 0,2 куб. сант., которое требуется для появленія замѣтнаго краснаго окрашиванія хлористаго серебра отъ хромовокислаго серебра.

Если дѣло идетъ объ опредѣленіи амміака, то онъ опредѣляется простымъ титрованіемъ нормальной кислотою, но такъ какъ въ титруемой жидкости можетъ находиться амміакъ, связанный съ HCl или H_2SO_4 , то опредѣленіе лучше вести, разбавляя 10 куб. сант. титруемаго раствора до 100 куб. сант. и нагревая жидкость до кипѣнія въ перегонной колбѣ, при чемъ выдѣляющійся амміакъ пропускается черезъ нормальную сѣрную кисло-

ту, избытокъ послѣдней обратно титруется нормальнымъ ѣдкимъ натромъ; потомъ въ перегонную колбу вливаютъ избытокъ натроваго щелока (съ помощью воронки съ крапомъ), а въ пріемникъ предварительно наливаютъ новое количество нормальной сѣрной кислоты и связанный амміакъ отгоняютъ; по окончаніи перегонки, поглощенный амміакъ снова опредѣляютъ обратнымъ титрованіемъ избытка кислоты; какъ ведется дѣло, сравни: анализъ амміака въ растворахъ. Болѣе простой способъ анализа—опредѣлить свободный и углекислый аммоній прямо титрованіемъ при помощи нормальной кислоты и метиль-оранжа, потомъ общій амміакъ перегонкой съ натровымъ щелокомъ ($NaOH$); связанный амміакъ тогда опредѣляютъ изъ разности обоихъ опредѣленій.

Анализъ амміака.

Амміакъ покупаютъ или въ видѣ сырой газовой воды или въ видѣ такъ называемой „концентрированной газовой воды“ или въ видѣ твердаго сѣрнокислаго аммонія.

Сырая или концентрированная газовая вода содержитъ амміакъ главнымъ образомъ въ видѣ углекислаго аммонія, затѣмъ въ видѣ сѣрнистаго аммонія, немного хлористаго аммонія, роданистыхъ соединеній и т. д.; всѣ эти соединенія при кипяченіи съ щелочами или известью выдѣляютъ газообразный амміакъ NH_3 . Для техническихъ цѣлей достаточно произвести слѣдующія опредѣленія:

1. *Летучій амміакъ.* 20 куб. сант. газовой воды разбавляютъ 10 куб. сант. дистиллированной воды, прибавляютъ 30 куб. сант. нормальной соляной кислоты, кипятятъ, пока не удалится вся углекислота и H_2S , и титруютъ избытокъ кислоты $1/2$ норм. ѣдкимъ натромъ, употребляя обыкновенные индикаторы, т. е. лакмусъ или метиль-оранжъ.

Въ томъ только случаѣ, когда жидкость слишкомъ окрашена, приходится ее разбавлять водою или работать, пользуясь лакмусовой бумажкой. Каждый куб. сант.

нормальной кислоты = 0,017 гр. NH_3 или, перечисливъ съ 20 куб. сант. на 100 куб. сант., находимъ, что каждый куб. сант. нормальной к. эквивалентенъ 0,085 вѣс. процентамъ NH_3 .

2) *Общій амміакъ*. Помѣщаютъ 20 куб. сант. газовой воды съ 20 куб. сант. дистиллированной въ колбу *A* (рис. 4) и въ приѣмники *B* и *C* наливаютъ 30 куб. сант. нормальной кислоты, разбавленной до 60 куб. сант. водою,

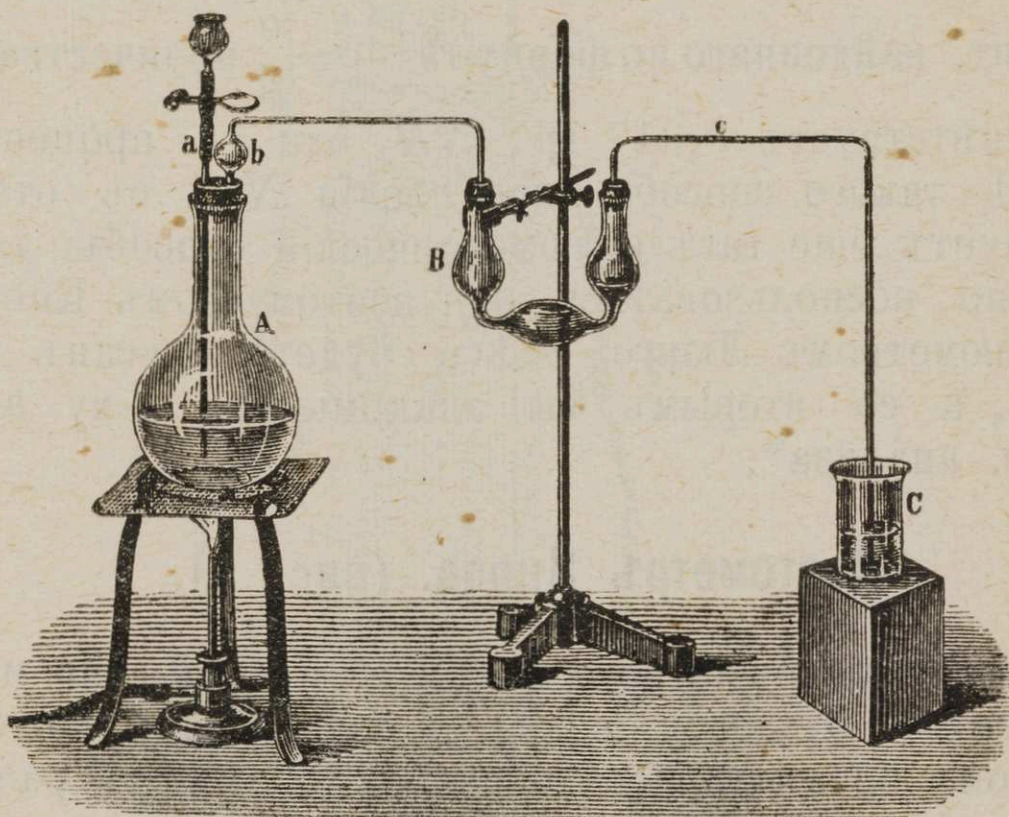


Рис. 4.

изъ приѣмниковъ главное количество кислоты-поглотителя содержитъ *B*. Затѣмъ при помощи воронки съ зажимомъ *a*, вливаютъ въ *A* избытокъ известковаго молока, осторожно кипятятъ 1 — 2 часа для того, чтобы отогнать весь амміакъ въ *B*, содержимое *B* и *C* соединяютъ и титруютъ $\frac{1}{2}$ норм. ѣдкимъ натромъ; допустимъ, что его пошло *a* куб. сант. Тогда $30 - \frac{a}{2}$ соотвѣтствуетъ израсходованной нормальной кислотѣ, которая и перечисляется на NH_3 .

Если дѣло идетъ о концентрированной газовой водѣ, то берутъ для анализа не 20 куб. сант. послѣдней, а со-

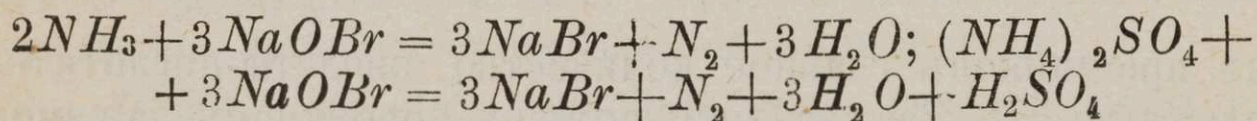
отвѣтственно меньше, или для поглощенія отгоняемаго NH_3 , употребляютъ больше сѣрной кислоты.

Сѣрноокислый аммоній. Для полученія средней пробы, смѣшиваемъ вмѣстѣ нѣсколько пробъ, взятыхъ изъ различныхъ мѣстъ, и растираемъ въ порошокъ, просѣиваемъ и тщательно перемѣшиваемъ, затѣмъ перегоняемъ въ аппаратъ съ ѣдкимъ натромъ (рис. 4). Если мы отвѣсили 17 гр., растворили въ 500 куб. сант. воды и для каждаго анализа взяли 50 куб. сант. раствора, то каждый куб. сант. найденнаго по формулѣ $30 - \frac{a}{2}$ количества кислоты соотвѣтствуетъ 0,017 гр. NH_3 или 1,0 проценту.

Кромѣ такого способа опредѣленія NH_3 съ отгонкою, существуетъ еще газъ-волюметрическій способъ; для этого можно воспользоваться или азотометромъ Кнопа или газъ-волюметромъ Люнге. Здѣсь будетъ описанъ первый приборъ, а со вторымъ мы знакомы по 1-му выпуску „Технич. анализа“.

Азотометръ Кнопа. (рис. 5).

Если на водный растворъ любой амміачной соли или воднаго амміака (газовой воды) подѣйствовать щелочнымъ растворомъ бромноватистаго натра, то амміакъ разложится съ выдѣленіемъ газообразнаго азота. На этомъ свойствѣ основано употребленіе азотометра. Вотъ реакція:



А—стеклянка для приѣма бромнаго щелока, который вводится для разложенія амміачной соли. На днѣ стеклянки находится цилиндрикъ, вмѣщающій около 10 куб. сант. (= 5 куб. сант.) жидкости. Въ него изъ соотвѣтственной пипетки наливаютъ растворъ изслѣдуемой амміачной соли или газовой воды. Большой стаканъ *В*, вмѣстимостью 4 л., служитъ водяной ванной; цѣль послѣдней приводить содержимое стеклянки *А* до и послѣ разложенія къ одинаковой температурѣ. Шейка *А* шероховато притерта для то-

го, чтобы помѣшать выдвиганію глубоко всаживаемой въ нее каучуковой пробки. *C* —высокій, наполненный водою и небольшимъ количествомъ соляной кислоты цилиндръ (станкань). Кислота употребляется для предохраненія воды отъ плѣсени. Въ его крышку вставлены двѣ сообщающіяся между собою бюретки *c* и *d*, а также небольшой термо-

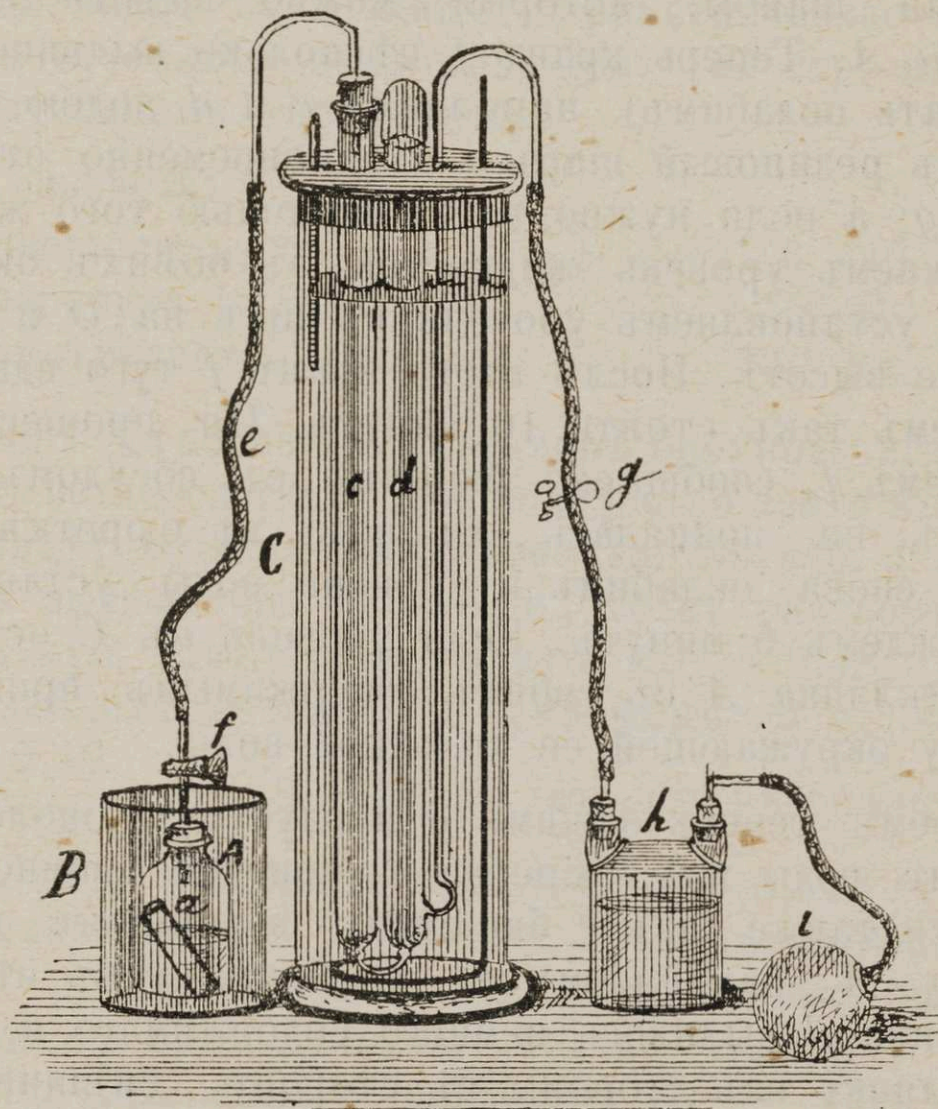


Рис. 5.

метръ. Бюретки и снабжающая ихъ водою стеклянка *h* наполнены водою (немного подкисленною).

Пользуясь азотометромъ, можно съ точностью опредѣлить амміачный азотъ, если только мы будемъ работать со слѣдующей предосторожностью. Въ цилиндрикъ *a* стеклянки *A* вливаемъ 10 (5) куб. сант. изслѣдуемаго амміачнаго раствора (2 гр. соли или амміака въ 100 куб. сант.

воды) и съ помощью пипетки въ самый сосудъ *A* спускаемъ 50 (25) куб. сант. бромнаго щелока. Закрывъ стеклянку *A* каучуковой пробкой, втиснутой съ силой, поставимъ ее въ широкій 4-хъ литровый стаканъ съ водою. При этой постановкѣ надо позаботиться о томъ, чтобы содержимое цилиндрика *a* не пролилось. Для лучшаго погруженія я рекомендую вырѣзать изъ свинца двѣ — три свинцовыя шайбы, которыя можно надѣть на шейку *стклянки A*. Теперь кранъ *f* нѣсколько выдвинемъ (лучше сказать ослабимъ), напомнимъ *c* и *d* водою, для чего сжимаемъ резиновый шаръ *i* и одновременно открываемъ зажимъ *g*; а если нужно, то съ помощью того же зажима *g* понижаемъ уровень жидкостей въ обѣихъ бюреткахъ; словомъ устанавливаемъ уровень въ нихъ на *O* и на одной и той же высотѣ. Послѣ этого кранъ *f* туго вдвигаемъ и оставляемъ такъ стоять 10 минутъ. По прошествіи ихъ, открываемъ *f*, сообщаемъ бюретку съ сосудомъ *A* и наблюдаемъ, не поднялась ли вода въ бюреткѣ *C*; если такъ, *f* снова ослабимъ и уровень воды установимъ на *O*, подождемъ 5 минутъ. Если уровень въ *C* остается на *O*, то стеклянка *A* съ своимъ содержимымъ приняла температуру окружающей ее холодной воды.

Откроемъ теперь зажимъ *g* и спустимъ около 15—20 куб. сант. воды изъ бюретки *d* (конечно немного воды спустится также изъ *c* бюретки); вынимаемъ изъ воды стеклянку *A*, наклоняемъ ее на бокъ, такъ чтобы изъ цилиндрика *d* вылилось немного содержимаго и, повертывая стеклянку изъ стороны въ сторону, смѣшиваемъ амміачный растворъ съ бромнымъ щелокомъ, эту операцію повторяемъ до тѣхъ поръ, пока большая часть амміачнаго раствора выльется изъ цилиндрика и разложится. Тогда запремъ кранъ *f*, стеклянку *A* сильно встряхнемъ, откроемъ *f* для удаленія свободнаго азота, снова запремъ и еще разъ снова встряхнемъ; теперь, при открываніи крана *f*, уровень воды въ бюреткѣ *c* перестанетъ понижаться (для этого будетъ достаточно троекратнаго встряхиванія). Стеклянку *A* снова помѣстимъ въ большой стаканъ съ водою *B*. По истеченіи 15—20 минутъ,

стеклянка *A* со своимъ содержимымъ приметъ прежнюю температуру; между тѣмъ какъ газъ въ бюреткѣ *C* будетъ имѣть температуру находящейся въ большомъ цилиндрѣ воды. Температуру наблюдаемъ на термометрѣ. Осторожно разжимая зажимъ *g*, устанавливаемъ жидкость въ *c* и *d* на одномъ и томъ же уровнѣ, отсчитываемъ число куб. сант. выдѣлившагося азота, отмѣчаемъ температуру воды въ цилиндрѣ *C*, а также барометрическое давленіе и, пользуясь таблицами Дитриха (см. 154 стр. въ концѣ книги), вычисляемъ вѣсъ азота.

Примѣръ разсчета:

Выдѣлилось азота	17,6 куб. с.
Температура цилиндра <i>C</i>	15° Ц.
Барометрическое давленіе.	742 мм.

По таблицѣ X (первой : въ растворѣ бромноватистаго щелока всегда остается нѣкоторое количество азота въ растворенномъ видѣ; таблица составлена для 50 куб. с. щелока; если азота выдѣлилось 17 куб. с., то въ растворѣ осталось 0,46 куб. сант.; если 18 куб. с., то 0,48; разница 0,02; раздѣлимъ ее на 10 и умножимъ на 6, получимъ $\frac{0,02 \cdot 6}{10} = \frac{0,12}{10} = 0,012$. Итакъ въ выдѣлившимся 17,6 куб. сант. надо прибавить $0,46 + 0,012 = 0,472$ куб. сант. Но это вычислено для 50 куб. с. бромнаго щелока, а для 25 куб. с. послѣдняго и 5 куб. с. амміачнаго раствора, мы введемъ въ видѣ поправки только половину. Итакъ поправка $0,472 : 2 = 0,236$; прибавимъ ее къ 17,6 и получимъ 17,836 куб. сант.

По таблицѣ II: вѣсъ 1 куб. с. азота при 742 мм. барометрич. давленія и 15° темпер. = 1,14306 mgr. Вѣсъ же 17,836 куб. с. равняется

$$17,836 \times 1,14306 \text{ mgr.} = 20,3876 \text{ mgr.}$$

Для анализа мы растворили 2 грамма сѣрноокислаго аммонія въ 100 куб. сант. воды и вылили въ стаканчикъ 5 куб. с., т. е. $\frac{2 \cdot 5}{100} = 0,1$ гр.

Итакъ на 0,1 гр. или на 100 милигр. выдѣляется 20,3876 милигр. азота, значить 20,39% по вѣсу. Но такъ какъ въ химически чистомъ сѣрнокисломъ аммоніи содержится 21,21% N, то отсюда перейдемъ къ процентамъ сѣрнокислаго аммонія:

$$\begin{aligned} \frac{21,21 - 100}{20,39\% - x} x &= \frac{20,39 \cdot 100}{21,21} \\ \text{или } x &= 96,1\% (NH_4)_2 SO_4 \end{aligned}$$

Итакъ изслѣдуемый сѣрнокислый аммоній содержитъ 96,1% $(NH_4)_2 SO_4$

По Люнге, можно обойтись и безъ таблицы поправокъ на поглощеніе азота бромнымъ щелокомъ, достаточно прибавить къ отсчитанному числу куб. сант. 2,5 проц. всего числа. Такимъ образомъ въ разсмотрѣнномъ нами случаѣ, намъ надо прибавить:

$$\frac{100 - 2,5\%}{17,6 - x} x = \frac{2,5 \cdot 17,6}{100} = 0,44 \text{ куб. сант. Это на 50 куб.}$$

санти. бромнаго щелока. Раздѣлимъ на 2; получимъ 0,22 и это число прибавимъ къ 17,6; имѣемъ 17,82 Разница сравнительно съ 17,836 не велика, такъ что вполне можно воспользоваться предложеніемъ Люнге.

При употребленіи азотометра, все вниманіе надо обратить на уравниваніе температуры въ стеклянкѣ А и измѣрительной бюреткѣ въ концѣ опыта, во время отсчитыванія. Допустимъ, что вмѣстимость стеклянки А составляетъ около 150 куб. сант. При температурномъ колебаніи въ 1° ошибка при отчитываніи составитъ 0,5 куб. с., при 2°—около 1 куб. сант. И эта ошибка на результаты анализа, особенно если выдѣлилось немного газа, оказываетъ значительное вліяніе, такъ напр. при выдѣленіи 10 куб. сант. азота она повлечетъ за собой невѣрность въ 5—10 проц. общаго количества газа.

Примѣчаніе. Растворъ бромноватистокислаго натра готовятъ раствореніемъ 100 гр. ѣдкаго натра въ 1250 куб. сант. дистиллированной воды и прибавленіемъ къ раствору 25 куб. сант. брома, по охлажденіи и при

безпрерывномъ взбалтываніи. Этотъ растворъ хранится въ темнотѣ или темной стеклянкѣ, такъ какъ онъ на свѣту мало-по-малу разлагается. 50 куб. сант. бромнаго щелока могутъ выдѣлить 130—150 куб. сант. азота изъ раствора хлористаго аммонія.

Химическое изслѣдованіе маточныхъ растворовъ, поступающихъ въ перегонку, сводится къ опредѣленію свободнаго и связаннаго амміака по способу отгонки (см. раньше технич. анализъ); далѣе къ опредѣленію не вступивъ въ реакцію поваренной соли. Для этого упариваютъ 10 куб. сант. раствора въ платиновой чашкѣ, прокалываютъ для удаленія NH_4Cl и взвѣшиваютъ.

Вмѣсто азотометра Кнопа для цѣлей анализа, можно воспользоваться и газъ-волюметромъ Люнге съ дополнительной стеклянкой для разложенія амміака бромнымъ щелокомъ (см. рис. 6: и далѣе 77 стр.: газъ-волюметрическій способъ Люнге для опредѣленія пиролюзита на содержаніе активнаго кислорода). Бромный щелокъ по Люнге готовятъ такъ: растворяютъ 100 гр. ѣдкаго натра лучшаго качества въ 250 куб. с. воды и осторожно прибавляютъ 25 гр. брома. Этотъ растворъ надо хранить въ темномъ мѣстѣ, какъ было упомянуто объ этомъ. Амміачная соль, твердая или

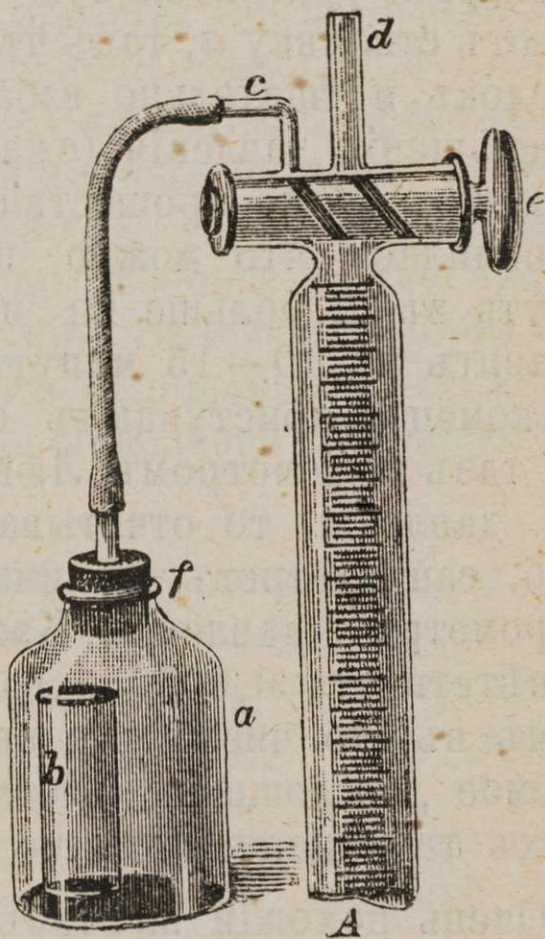


Рис. 6.

въ растворѣ, вводится въ наружное пространство стеклянки *a*, бромный щелокъ (25—30 куб. сант.) во внутренній судикъ *b*. Пробка *t*, которая при помощи каучуковой трубки соединена съ газоизмѣрительной трубкой прибора въ *c*, плотно втискивается въ горло стеклянки, и происшедшее при

этомъ сжатіе воздуха внутри стеклянки *a* выравнивается моментальнымъ ослабленіемъ крана *e*; такъ какъ ртуть въ *A* тогда нѣсколько понизится, то поднимая уравнительную трубку, между тѣмъ какъ *A* при помощи крана *e* (ослабить его) приведемъ въ сообщеніе съ наружнымъ воздухомъ,—мы снова установимъ ртуть на *O*. Послѣ этого стеклянку *a* помѣщаютъ въ большой сосудъ, наполненный водою комнатной температуры, оставляютъ здѣсь нѣсколько минутъ для выравниванія температурной разницы въ стеклянкѣ. Ртуть въ измѣрительной трубкѣ можетъ понизиться или повыситься, тогда ослабляя кранъ *e*, снова устанавливаютъ ртуть на *O*, для этого опускаютъ или приподнимаютъ уравнительную трубку газъ-волюметра; наклоняютъ стеклянку *a*, такъ чтобы изъ *b* вылился въ *a* бромный щелокъ, и тщательно взбалтываютъ; въ то же время для уменьшенія давленія (сжатія) надо понизить уравнительную трубку; по прошествіи 5 минутъ, реакція обыкновенно окончилась, что можно провѣрить по тому факту, что ртуть въ *A* больше не понижается. Стеклянку *a* снова ставятъ на 10—15 минутъ въ большой сосудъ съ водою. Наконецъ, приступаютъ отсчитыванію. Если работаютъ съ газъ-волюметромъ Люнге, приведеннымъ къ 0° и 760 мм. давленія, то отчитываніе прямо покажетъ количество куб. сантиметровъ, занимаемыхъ азотомъ при 0° и 760 мм. барометрич. давленія. Каждый куб. сантиметръ тогда соответствуетъ 0,001285 гр. *N* или 0,001561 гр. *NH₃*, причемъ въ это число уже введена поправка на такъ называемое „поглощеніе“ азота; слѣдовательно въ поправочныхъ таблицахъ нѣтъ подобности справляться.

Очень похожій на газъ-волюметръ Люнге, также предназначенный для работы надъ ртутью—приборъ, предложенный химикомъ фармацевтомъ Мерсье, носитъ названіе уреометра. Онъ можетъ служить въ качествѣ азотометра и прибора Шейблера для опредѣленія углекислоты. Но просматривая описаніе этого аппарата, я не нахожу въ немъ ни какого преимущества предъ описаннымъ газъ-волюметромъ Люнге, который удовлетворяетъ болѣе широкимъ цѣлямъ. Въ свое время я опишу его, когда коснусь

опредѣленія CO_2 въ отработавшемъ костянномъ углѣ и т. д. (Описание аппарата Мерсье читатель найдетъ на 133 стр. *Revue de chimie industrielle* за 1896 г. и въ книгѣ Мерсье: *Guide pratique pour l'analyse des urines*, 2-de édition 47 стран.).

Анализъ жженой (негашеной) извести.

Въ содовомъ производствѣ по амміачному способу жженая известь большею частью употребляется для обратнаго добыванія амміака изъ маточныхъ водъ; тамъ, гдѣ изъ соды готовится ѣдкій натръ, жженая известь также употребляется для обмѣннаго разложенія. Изслѣдованіе жженой извести сводится къ опредѣленію свободной CaO титрованіемъ нормальной щавелевой кислотой съ феноль-фталейномъ до исчезновенія краснаго окрашиванія, а содержащійся въ извести углекислый газъ (CO_2) опредѣляется или газъ-волюметрически, или по разности между числами куб. сант., израсходованныхъ при титрованіи нормальной соляной кислотой (съ обратнымъ титрованіемъ ѣдкимъ натромъ) и затѣмъ при титрованіи щавелевой кислотой. Опишемъ оба опредѣленія:

1. *Опредѣленіе свободной CaO .* Отвѣсимъ 100 гр. тщательно отобранной средней пробы негашеной извести, осторожно погасимъ, кашку перенесемъ въ $\frac{1}{2}$ литровую колбу, дольемъ до мѣтки, возьмемъ пипеткой 100 куб. сант. молока, при одновременномъ взбалтываніи колбы, спустимъ взятые 100 куб. сант. въ $\frac{1}{2}$ литровую колбу, дольемъ ее до мѣтки и возьмемъ для изслѣдованія 25 куб. сант. (=1 гр. CaO) жидкости при одновременномъ взбалтываніи содержаемаго колбы. Къ взятымъ 25 куб. с. известкового молока прильемъ немного спиртоваго раствора феноль-фталейна и протитруемъ нормальной щавелевой кислотой (въ этомъ случаѣ нельзя употреблять соляной кислоты) до исчезновенія розоваго окрашиванія, что наступитъ, если вся свободная известь насытится, между тѣмъ какъ на CaCO_3 кислота будетъ не въ состояніи дѣйство-

вать. Каждый куб. сант. нормальной щавелевой кислоты $= 0,028$ гр. CaO .

2. *Определение CO_2* . Къ 25 куб. сант. приготовленного нами раствора CaO (изъ второй $\frac{1}{2}$ литр. колбы), всегда содержащей немного CaCO_3 , прильемъ избытокъ нормальной соляной кислоты и каплю феноль-фталейна и будемъ титровать избытокъ кислоты нормальнымъ NaOH ; отнимая количество CaO , найденное по 1, отъ количества найденнаго по 2, получимъ CaO , связанную въ CaCO_3 . Для очень точныхъ опредѣленій, рекомендуется изслѣдуемую известь обработать соляною кислотою; выдѣляющійся углекислый газъ (CO_2) поглощается натронной известью; послѣдняя взвѣшивается до и послѣ анализа; разница между обоими взвѣшиваніями покажетъ намъ прирѣстъ, причитающійся на CO_2 . Для опредѣленія, Лунге также рекомендуетъ свой приборъ — газъ-волюметръ съ дополнительной стеклянкой (см. анализъ амміака).

Анализъ гашеной извести.

1. *Вода*. Отвѣшиваютъ въ закрытой пробкою пробиркѣ или вѣсовой колбочкѣ около 1 гр. изслѣдуемой гашеной извести и постепенно нагреваютъ навѣску въ платиновомъ тиглѣ, наконецъ, нагревъ доводятъ до ярко-краснаго каленія, оставляютъ охлаждаться въ эксикаторѣ и снова взвѣшиваютъ; вѣсовая потеря $= \text{вода} + \text{углекислота}$.

2. *Углекислота* опредѣляется какъ выше описано въ анализѣ жженой извести.

3. Содержаніе NaOH извести въ известковомъ молокѣ различныхъ удѣльныхъ вѣсовъ по Блаттнеру (Dingl. Journ. 250,464) опредѣляется ареометромъ такъ. Въ жидкомъ известковомъ молокѣ быстро отчитываютъ показаніе ареометра, такъ чтобы известь не успѣла отстояться. При густомъ известковомъ молокѣ, для котораго не годится слишкомъ узкій цилиндръ, ареометръ осторожно погружаютъ въ жидкость и медленно вращаютъ цилиндръ на столѣ, такъ чтобы ему сообщить слабое встряхи-

ваніе, пока ареометръ не перестанетъ болѣе погружаться. Таблица удѣльныхъ вѣсовъ имѣетъ значеніе для 15°.

Градусы Боме.	Вѣсъ 1 литра въ граммахъ.	СаО въ литрѣ.	Градусы Боме.	Вѣсъ 1 литра въ граммахъ.	СаО въ литрѣ.
1	1.007	75	16	1.125	159
2	1.014	165	17	1.134	170
3	1.022	26	18	1.142	181
4	1.029	36	19	1.152	193
5	1.037	46	20	1.162	206
6	1.045	56	21	1.171	218
7	1.052	65	22	1.180	229
8	1.060	75	23	1.190	242
9	1.067	84	24	1.200	255
10	1.075	94	25	1.210	268
11	1.083	104	26	1.220	281
12	1.091	115	27	1.231	295
13	1.100	126	28	1.241	309
14	1.008	137	29	1.252	324
15	1.016	148	30	1.263	339

Глава IV.

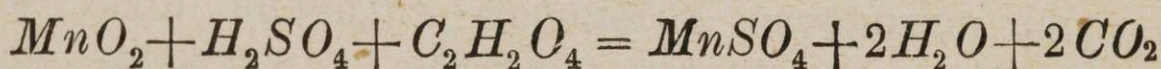
Анализъ пиролюзита.

При всѣхъ обстоятельствахъ въ пиролюзитѣ опредѣляютъ: *влажность, активный кислородъ* (выраженный въ MnO_2) и *углекислоту*.

1 *Влажность*. По Фрезеніусу, пиролюзитъ очень медленно отдаетъ свою гигроскопическую воду при 100° (и не вполне), а при 120° отдаетъ вполне. Выше этого предѣла нельзя нагревать, потому что тогда начинается химически-связанная вода. Поэтому онъ устроилъ особый сушильный аппаратъ, состоящій изъ толстаго чугунаго кружка, снабженнаго дырочками, въ которыя помѣщались небольшія латунныя трубочки (патроны) съ пробами пиролюзита. Однако англійскіе заводчики опредѣляютъ влажность при 100° и содержаніе MnO_2 перечисляютъ на пиролюзитъ, высушенный при 100° . Въ такомъ случаѣ мелко просѣянный порошокъ въ видѣ тонкаго слоя нагревается до 100° въ продолженіе 6 часовъ или, еще лучше, до постояннаго вѣса и, по охлажденіи въ эксикаторѣ надъ сѣрной кислотой, взвѣшивается.

2. *Активный кислородъ* (собств. MnO_2). Активный кислородъ всегда выражаютъ въ процентахъ MnO_2 . 1 ч. активнаго кислорода = 5,438 ч. MnO_2 . Для опредѣленія MnO_2 существуетъ нѣсколько способовъ:

а. *Первый способъ* основанъ на слѣдующей реакціи:



Итакъ, если нагревать пиролюзитъ съ сѣрной и щавелевой кислотой, то будетъ выдѣляться углекислота; ее

можно пропустить черезъ осушительную трубку и поглотить въ слѣдующей трубкѣ, наполненной патронной известью, или весь аппаратъ, въ которомъ происходитъ разложеніе, взвѣсить вмѣстѣ съ осушителемъ до и послѣ разложенія, и найти потерю изъ разности двухъ взвѣшиваній. Эту потерю и перечисляютъ на CO_2 , при чемъ 2 частицы CO_2 соотвѣтствуютъ всегда 1 атому O или частицѣ MnO_2 .

Но такой способъ опредѣленія неточенъ; потому что въ рудѣ можетъ содержаться связанная углекислота, которая и потребуетъ особаго опредѣленія.

Приведенной выше реакціей часто пользуются такъ: къ изслѣдуемой MnO_2 приливается избытокъ щавелевой кислоты въ смѣси съ сѣрной, и неразложенная ея часть обратно титруется хамелеономъ. Для каждаго опредѣленія отвѣшиваютъ обыкновенно не больше 2 гр. измельченнаго въ мелкій порошокъ пиролюзита (тщательно отбирается средняя проба, сначала измельчается въ желѣзной ступкѣ и потомъ истирается въ агатовой ступкѣ), смѣшиваютъ съ 50 куб. сант. нормальной щавелевой кислоты и 5—6 куб. сант. концентрированной сѣрной кислоты и нагреваютъ до исчезновенія чернаго цвѣта осадка, что указываетъ на полное разложеніе пиролюзита, и потомъ безъ всякаго фильтрованія, а только разбавивъ водою, обратно титруютъ избытокъ щавелевой кислоты при 60°C . растворомъ хамелеона до появленія розоваго окрашиванія; въ случаѣ осадка на днѣ стакана, можно работать безъ фильтрованія; для этого разбавляютъ содержимое въ стаканѣ до 250 куб. сант. и берутъ пипеткой, не касаясь осадка, для каждаго титрованія 100 куб. сант. раствора и титруютъ хамелеономъ ($\frac{1}{10}$ —нормальнымъ растворомъ). 1 куб. сант. нормальной щавелевой к. равнозначенъ 10 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нормальнаго хамелеона. Такимъ образомъ, если было израсходовано для анализа 50 куб. сант. щавелевой кислоты, то послѣ ихъ перевода на $\frac{1}{10}$ норм. растворъ KMnO_4 , имѣемъ 500 куб. сант. $\frac{1}{10} \text{N}$ — KMnO_4 . Предположимъ, что для обратнаго титрованія 100 куб. сант. разбавленнаго до 250 куб. сант. раствора

пошло 57,6 куб. сант. $\frac{1}{10}$ $KMnO_4$; слѣдовательно на всѣ 250 куб. сант. потребуется 143,5. Вычтемъ это число изъ 500, получимъ $500 - 143,5 = 356,5$ куб. сант. $\frac{1}{10}$ нор. $C_2H_2O_4$ или 35,65 куб. сант. нормальной щавелевой к. Помноживъ послѣднее число на 0,045, получимъ 1,60425 гр. $C_2H_2O_4$ (безводной). Но такъ какъ 90 ч. безводной щавелевой к. = 86 ч. MnO_2 , то получимъ $\frac{86 \cdot 1,60425}{90} = 1,5329$ гр., что составитъ 76,6% первоначальной навѣски (2 гр.)

b) *Второй способъ.* Основанъ на свойствѣ газообразнаго хлора, образующагося при разложеніи перекиси марганца соляною кислотою, — выдѣлять въ свободномъ видѣ іодъ, если хлоръ мы станемъ поглощать растворомъ іодистаго калия; выдѣлившійся іодъ титруется сѣрноватистокислымъ натромъ. Для разложенія Бунзенъ предложилъ особой формы колбочку и поглотительный аппаратъ, такъ что можно работать безъ опасенія, что жидкость всасется назадъ въ колбочку (см. рис. 7).

Точно отвѣшивается около 0,3 гр. пиролюзита, помещается въ колбу вмѣстимостью 50—60 куб. сант., прибавляется нѣсколько кусочковъ магнезита и 25 куб. сант. чистой (проба на свободный хлоръ) дымящейся соляной кислоты; послѣ этого тонкая шейка колбы соединяется съ газовой трубкой. Въ приѣмникъ наливается концентрированный растворъ іодистаго калия (25—30 куб. сант.); самый приѣмникъ на время операціи ставится въ большой стаканъ съ холодной водою для охлажденія. Выдѣленіе хлора начинается тотчасъ, какъ только начнемъ осторожно нагрѣвать жидкость въ колбѣ; нагрѣваніе регулируется такъ, чтобы струя газа была не слишкомъ сильная; иначе хлоръ пройдетъ черезъ слой жидкости, не поглотившись ею; подъ конецъ нагрѣваніе усиливается для удаленія послѣднихъ слѣдовъ хлора вмѣстѣ съ парами воды и соляной кислоты. Когда жидкость въ колбочкѣ вполне просвѣтлѣетъ, горѣлку отставляемъ; при употребленіи описаннаго аппарата Бунзена, по окончаніи реакціи, оставляютъ все въ покоѣ на нѣкоторое время для лучшаго поглощенія газа.

Послѣ размыканія аппарата, не мѣшаетъ обоняніемъ убѣдиться, не остался ли хлоръ непоглощеннымъ; если онъ окажется, то анализъ считается неудавшимся, и надо приступить къ новому опредѣленію.

Отогнанный хлоръ въ растворѣ іодистаго калия выделяетъ строго эквивалентное количество іода, и послѣдній можно протитровать или сѣрноватистокислымъ натромъ,

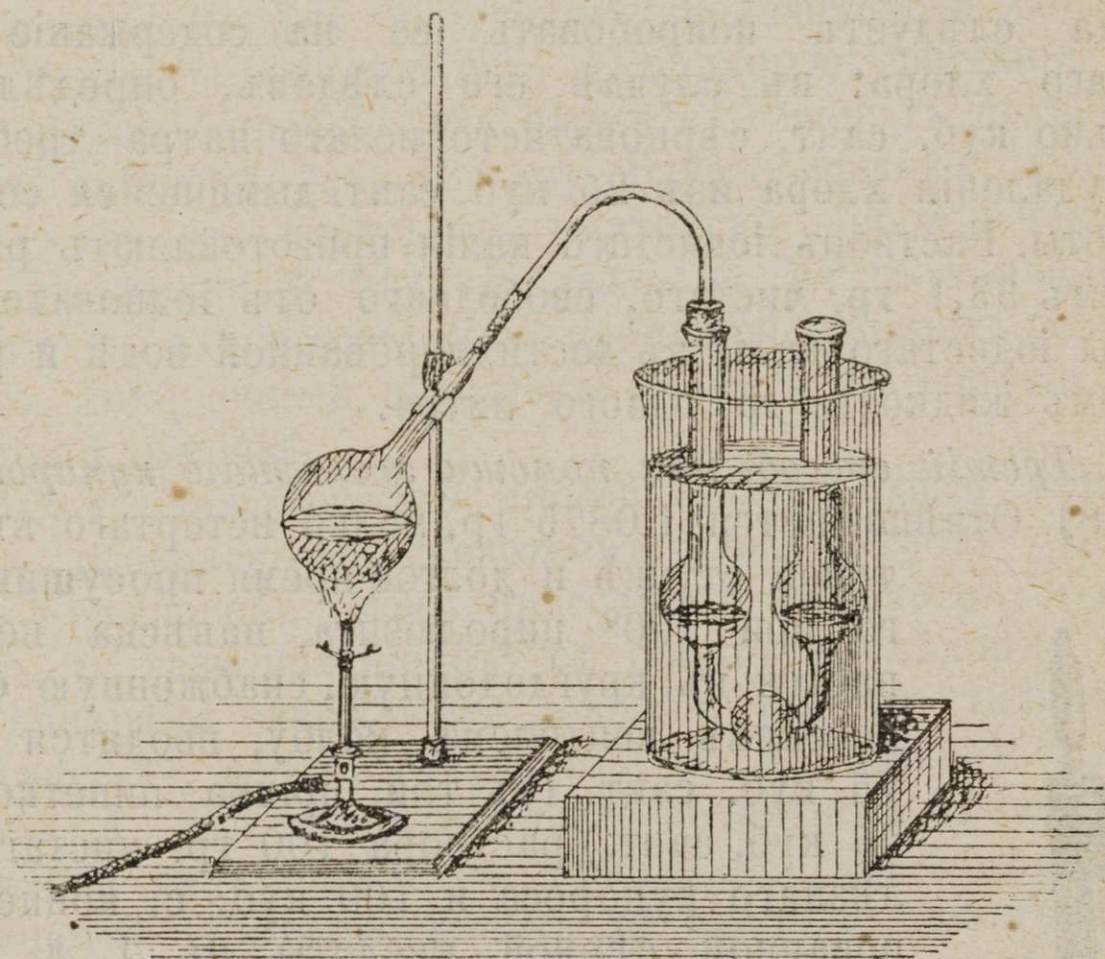
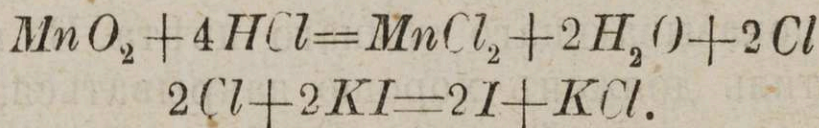


Рис. 7.

или щелочнымъ растворомъ мышьяковистой кислоты. Реакціи по разложенію перекиси марганца соляною кислотою и по выдѣленію іода изъ іодистаго калия происходятъ по слѣдующимъ равенствамъ:



Итакъ, каждымъ 87 в. частямъ MnO_2 соотвѣтствуетъ 71 в. ч. хлора, или $5 \times 0,087 \text{ гр.} = 0,435 \text{ гр.}$ MnO_2 рав-

носильны 100 куб. сант.^{1/10} нормального іодного раствора. Если іодъ мы будемъ титровать ^{1/10} нор. растворомъ $Na_2S_2O_3$, то число израсходованныхъ куб. сант. этого раствора покажетъ, сколько выдѣлилось іода. 1 куб. сант. ^{1/10} норм. $Na_2S_2O_3 = 0,00435$ гр. MnO_2 . Съ титрованіемъ не слѣдуетъ медлить, а тотчасъ къ нему приступить, по охлажденіи пріемника.

Примѣчаніе 1. Предъ употребленіемъ соляной кислоты всегда слѣдуетъ попробовать ее на содержаніе свободного хлора; въ случаѣ его слѣдовъ, опредѣляютъ, сколько куб. сант. сѣрноватистокислаго натра требуется для удаленія хлора изъ 25 куб. сант. дымящейся соляной кислоты. Растворъ іодистаго калия приготавливаютъ раствореніемъ 33,1 гр. чистаго, свободного отъ іодноватой кислоты іодистаго калия въ дистиллированной водѣ и разведеніемъ жидкости до одного литра.

с) *Третій способъ при помощи желѣзнаго купороса* (см. рис. 8). Отвѣшивается 1,0875 гр. мелко истертаго въ ага-



Рис. 8.

товой ступкѣ и долгое время просушиваемаго при 100° пиролюзита, навѣска пересыпается въ круглодонную, снабженную бунзен-новскимъ вентилемъ колбу, вводятся сюда 75 куб. сант. (въ три пріема пипеткой въ 25 куб. сант.) раствора 100 гр. чистаго желѣзнаго купороса и 100 куб. с. концентрированной сѣрной кислоты въ 1 л. воды; титръ приготовленнаго раствора, взятаго тою же самою пипеткой въ 25 куб. сант., точно устанавливается ^{1/2} норм. растворомъ хамелеона. Послѣ прилитія желѣзнаго купороса, колба закрывается пробкой съ вентилемъ и содержимое кипятится до тѣхъ поръ, пока пиролюзитъ не разложится до остатка, уже

больше не показывающаго темнаго цвѣта. Во время охлажденія, вентиль долженъ хорошо закрываться, что видно по спаденію каучуковой трубки. Затѣмъ содержимое колбы разбавляютъ 200 куб. сантиметрами прокипяченной воды и титруютъ хамелеономъ до слабо розоваго цвѣта. Из-

расходованное количество хамелеона отнимается отъ со-
отвѣтствующаго 75 куб. сантиметрамъ; каждый куб. сант.
разности = 0,02175 гр. или 2 проц. MnO_2 (именно:

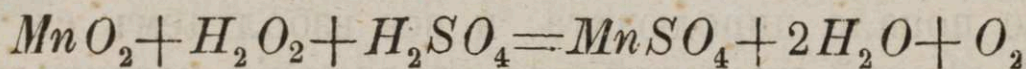
$$\begin{array}{r} 1,0875 \text{ гр.} \\ 100 \end{array} - \begin{array}{r} 0,02175 \text{ гр.} \\ x \end{array} MnO_2 \text{ въ 1 куб. сант.}$$

$$x = \frac{0,02175 \cdot 100}{1,0875} = 2\% \text{ въ каж. кубич. сант.).}$$

Примѣчаніе 2. Для полученія приблизительно соглас-
ныхъ и точныхъ результатовъ, я обращаю вниманіе на
взятіе средней пробы. Объ этомъ я говорилъ подробно
въ 1-мъ выпускѣ, см. 134 стр. Взявъ среднюю пробу,
истолчемъ ее въ порошокъ, тщательно перемѣшаемъ и
затѣмъ въ агатовой ступкѣ изотремъ ее въ тончайшій
порошокъ съ одновременнымъ просѣваніемъ чрезъ шелко-
вое сито. Полученный порошокъ хранить въ хорошо за-
купоренной баночкѣ.

d) *Газъ-волюметрическій способъ* проф. Люнге можетъ
служить прекраснымъ средствомъ для контроля упомя-
нутаго 3-го способа. Здѣсь пригодны и азотомеръ, и нит-
ромеръ, и газъ-волюмеръ; въ обоихъ послѣднихъ слу-
чаяхъ аппараты снабжаются дополнительными стеклянками
a (см. рис. 6), соотвѣтствующими въ азотомерѣ Кнопа
стеклянкѣ *A*. Для цѣлей анализа, поднятіемъ уравнитель-
ной трубки газъ-волюметра, напомнимъ газъ-измѣритель-
ную бюретку *A* ртутью вплоть до крана *e*, такимъ обра-
зомъ ртуть доходитъ до *O* скалы. Навѣску пиролюзита
пересыпаемъ въ наружное пространство стеклянки *a*, такъ
чтобы въ припаянный ко дну внутренній цилиндрикъ *b* ни-
чего не попало пиролюзита, и все взболтаемъ съ разбав-
ленной сѣрной кислотой для разложенія углекислыхъ со-
единеній въ анализируемой пробѣ (послѣднее производится
раньше наполненія внутренняго цилиндрика *b* перекисью
водорода). Теперь въ самый цилиндрикъ *b* наливается
почти до краевъ перекись водорода, при чемъ употреб-
ляютъ ея избытокъ вообще; послѣ этого, въ горло стеклянки
a плотно всаживается пробка *f* и происшедшее сжатіе
внутри стеклянки выравнивается мгновеннымъ повертыва-

ніемъ крана *l*; при этомъ, если ртуть въ *A* нѣсколько понизится, то поднятіемъ уравнивающей трубки ртуть снова устанавливается на нуль, при чемъ *A* одновременно сообщается съ помощью крана *e* съ наружнымъ воздухомъ. Какъ при всаживаніи пробки *f*, такъ и при встряхиваніи, стеклянку *a* беремъ за шейку большимъ и указательнымъ пальцами, чтобы предупредить всякое нагрѣваніе; когда хотимъ окончательно убѣдиться въ этомъ, то опускаемъ стеклянку предъ ея встряхиваніемъ и послѣ его въ ванну съ водой комнатной температуры и поджидаемъ, пока температурная разница не выравняется. Теперь кранъ *e* такъ устанавливается, чтобы сообщить стеклянку *a* при помощи *c* съ измѣрительной трубкой *A*, при чемъ ртуть должна все время оставаться на *O*; послѣ этого стеклянку наклонимъ такъ, чтобы перекись водорода вылилась изъ *b* въ *a*, и содержимое послѣдней будемъ встряхивать, при одновременномъ пониженіи уравнивающей трубки, для избѣжанія ненужнаго давленія (сжатія). По прошествіи 5 минутъ, газообразование считается оконченнымъ, что можно судить по тому явленію, что ртуть въ *A* больше не понижается; цвѣтъ остатка въ *a* долженъ быть свѣтлый и на днѣ не должно оставаться никакихъ зернышекъ. (При нѣкоторыхъ очень твердыхъ образчикахъ марганцовой руды, не удается послѣднюю разложить на холоду, несмотря на тщательное измельченіе, но только послѣ продолжительнаго нагрѣванія; въ этомъ случаѣ газъ-волюметрическій способъ анализа не годится). Реакція, для выполненія которой слѣдуетъ употребить въ *a* избытокъ сѣрной кислоты, — выражается слѣдующимъ равенствомъ:



Слишкомъ долгаго встряхиванія слѣдуетъ избѣгать, потому что избытокъ перекиси водорода тогда разложится и внезапно выдѣлится кислородъ (въ кислыхъ растворахъ разложеніе далеко рѣже случается, чѣмъ въ щелочныхъ).

Поэтому тотчасъ по выравниваніи температуры, если она поднялась, приступаемъ къ отчитыванію. Съ этой цѣлью уравнивающую трубку поставимъ въ такое поло-

женіе, чтобы уровни въ ней и измѣрительной трубкѣ *A* находились въ одной и той же плоскости, запремъ кранъ *e* и, при употребленіи обыкновеннаго нитрометра отчитываемъ первый объемъ въ *A*, а также температуру и барометрическое давленіе, чтобы газъ привести по извѣстнымъ таблицамъ къ 0° и 760 мм. давленія; если же работаемъ съ газъ-волюметромъ, то поступимъ, какъ нами описано раньше на стр. 93 1-го выпуска „*Техническаго анализа*“; въ этомъ случаѣ слѣдуетъ помнить, что газъ измѣряется во влажномъ состояніи, а не въ сухомъ; а потому въ редукціонной трубкѣ уровень ртути надо установить по формулѣ $\frac{(273+t)760}{273(B-f)}$, гдѣ *f* обозначаетъ упру-

гость водяного пара при *t* температурѣ (см. таблицу IX).

Каждый куб. сант. выдѣленнаго, приведеннаго къ 0° и 760 мм. давленія кислорода = 0,003897 гр. *MnO₂*. Если хотятъ перевести на проценты и прямо ихъ отчитать, то для cadaго опредѣленія, при 50 куб. сант. измѣрительной трубкѣ нитрометра, отвѣсимъ 0,1948 гр. пиролюзита (тогда каждый куб. сант. газа = 2% *MnO₂*); при вмѣстимости измѣрительной трубки = 100 куб. с., беремъ навѣску 0,5945 гр. (1 куб. сант. кислорода = 2/3 проц. *MnO₂*).

3. *Углекислота* опредѣляется или вѣсовымъ путемъ, при чемъ *CO₂* вытѣсняется разбавленной сѣрной кислотой или азотной и пропускается чрезъ трубу, наполненную натронной известью, или газъ—волюметрическимъ путемъ въ „универсальномъ газъ—волюметрѣ Люнге“.

4. *Количество соляной кислоты, необходимое для разложенія пиролюзита*. Никогда не совпадетъ съ ея количествомъ, требуемымъ для разложенія *MnO₂*, такъ какъ въ пиролюзитѣ содержатся и другія соединенія, которыя будутъ связывать соляную кислоту; тогда часть *MnO₂* останется неразложенной. Чтобы опредѣлить это количество, проще всего поступимъ такъ: въ колбѣ съ обратнымъ холодильникомъ растворимъ 1 гр. пиролюзита въ 10 куб. сант. крѣпкой фабричной соляной кислоты, содержаніе которой предварительно опредѣляется титрованіемъ; раствореніе сначала ведутъ на холоду, потомъ при нагрѣваніи. Охла-

жденный растворъ титруютъ нормальнымъ ѣдкимъ натромъ до появленія коричневой (красноватой) мути или облачка выдѣлившагося гидрата окиси желѣза, такъ чтобы муть при взбалтываніи и слабомъ нагрѣваніи больше не растворялась. Израсходованный ѣдкій натръ перечисляется на крѣпость израсходованной для разложенія пиролюзита соляной кислоты и излишняя кислота отнимается отъ взятыхъ въ началѣ для разложенія 10 куб. сант.

Изслѣдованіе остатковъ, спускаемыхъ изъ хлор-выдѣлительныхъ аппаратовъ.

Эти остатки изслѣдуются на содержаніе свободной соляной кислоты; для ея опредѣленія взятую пробу титруютъ нормальнымъ ѣдкимъ натромъ и за конецъ реакціи считаютъ появленіе въ титруемой жидкости хлопьевъ гидрата окиси желѣза, болѣе не растворяющихся при помѣшиваніи (легкая муть, см. раньше). При непосредств. нагрѣваніи въ шамотныхъ сосудахъ содержаніе HCl въ кислыхъ остаткахъ можетъ понизиться до 5 проц., но только при очень продолжительномъ нагрѣваніи. Въ обыкновенныхъ нагрѣваемыхъ голымъ паромъ аппаратахъ 6 проц. считается очень хорошей работой; при плохой работѣ находятъ 8—10 процентовъ.

Пробы на достаточное количество известковаго молока, приливаемого къ марганцовому щелоку

(при регенерациі по способу Вельдона).

Для пробы берутъ нѣкоторое количество жидкости, перемѣшанной вздуваемымъ воздухомъ, изъ соотвѣтствующихъ маленькихъ крановъ, фильтруютъ ее и пробуютъ фильтратъ красной лакмусовой бумажкой на щелочность реакціи; при чемъ избытокъ извести (которая въ присутствіи хлористаго кальція гораздо больше растворима, чѣмъ въ чистой водѣ, по крайней мѣрѣ при господствующей

температурѣ 50—60°) обнаруживается съ значительной рѣзкостью. Далѣе фильтратъ, будучи смѣшанъ съ крѣпкимъ растворомъ хлорной извести, не долженъ показывать какихъ либо слѣдовъ чернаго или коричневаго осадка (даже мути), такъ какъ послѣдній зависитъ отъ образованія MnO_2 изъ раствореннаго $MnCl_2$.

Вельдоновъ осадокъ (по способу Люнге).

Въ вельдоновомъ осадкѣ опредѣляютъ *содержаніе* MnO_2 , *общее содержаніе* Mn и „*базисъ*“, *основаніе*.

а) MnO_2 . Титръ кислаго раствора закисной желѣзной соли, содержащій 100 гр. кристаллическаго желѣзнаго купороса (или соотвѣтственное количество двойной желѣзной соли) и 100 куб. сант. концентр. чистой сѣрной кислоты въ 1 л. устанавливается точно $\frac{1}{2}$ норм. растворомъ $KMnO_4$. Послѣ этого берутъ пипеткой 25 куб. сант. желѣзнаго раствора и переносятъ ихъ въ стаканъ, затѣмъ берутъ пипеткой 10 куб. сант. тщательно размѣшаннаго въ стеклянкѣ вельдонова осадка, снаружи пипетку смываютъ водою изъ промывалки, потомъ содержимое пипетки спускаютъ въ растворъ желѣзнаго купороса въ стаканѣ и приставшій къ внутреннимъ стѣнкамъ пипетки осадокъ смываютъ изъ промывалки. Послѣ того какъ все при перемѣшиваніи растворится, разбавляютъ 100 куб. сантиметрами воды и титруютъ хамелеономъ. Если израсходованное для этого количество хамелеона $= y$, необходимое же количество $\frac{1}{2}$ норм. $KMnO_4$ для титрованія 25 куб. сант. желѣзнаго раствора $= x$, то вычисляютъ содержаніе MnO_2 на литръ по формулѣ.

$$2,175 (x - y).$$

Примѣръ: для титрованія 25 куб. сант. раствора желѣзнаго купороса пошло 35 куб. сант. хамелеона; для титрованія тѣхъ же 25 куб. сант., послѣ смѣшиванія съ 10 куб. сант. вельдонова осадка, пошло 18,5 куб. сант. $\frac{1}{2} N - KMnO_4$, отсюда въ литрѣ содержится MnO_2 :

$$2,175 (35 - 18,5) = 35,88 \text{ гр.}$$

б) *Общее содержаніе марганца.* Берутъ пипеткой 10 куб. сант. осадка, какъ и въ а), кипятятъ съ крѣпкой соляной кислотой до удаленія всякихъ слѣдовъ хлора, избытокъ кислоты нейтрализуютъ осажденнымъ углекислымъ кальціемъ (по Люнге, точно ѣдкимъ натромъ), прибавляютъ концентрированного прозрачнаго (фильтрованного) раствора хлорной извести, кипятятъ нѣсколько минутъ и образовавшуюся розовую окраску жидкости разрушаютъ прибавленіемъ по каплямъ спирта. Весь марганецъ теперь осядетъ въ видѣ MnO_2 . Послѣдній отфильтровываютъ и промываютъ до тѣхъ поръ, пока въ промывной водѣ больше не будетъ содержаться свободного хлора, что узнается на бумажку, пропитанную іодистымъ калиемъ и крахмаломъ. Фильтръ съ осадкомъ переносится въ 25 куб. сант. кислаго желѣзнаго раствора, разбавляютъ 100 куб. сантиметрами воды и обратно титруютъ хамелеономъ. Вычисленіе ведутъ какъ при а), и общее содержаніе марганца выражается тогда въ видѣ MnO_2 .

С. *Основаніе („базисъ“).* Подъ основаніемъ понимаютъ содержащіяся въ вельдоновомъ осадкѣ окиси и т. д., связывающія соляную кислоту, но не выдѣляющія хлора, когда вельдоновъ осадокъ снова перерабатывается на хлоръ. Къ основаніямъ относится CaO , Fe_2O_3 , MgO и MnO .

25 куб. сант. (при очень высокомъ базисѣ 50 куб. с.) нормальной щавелевой кислоты разбавляютъ водою до 100 куб. сант., нагрѣваютъ до 60—80° Ц. и къ нагрѣтой жидкости прибавляютъ 10 куб. сант. марганцоваго осадка съ ранѣе упомянутою предосторожностью (брать вельдоновъ осадокъ, послѣ тщательнаго его перемѣшиванія въ колбѣ; пипетку смыть изъ промывалки и потомъ обмыть изнутри для удаленія всякихъ приставшихъ къ стѣнкамъ частицъ) и все это вмѣстѣ перемѣшиваютъ до появленія чисто-бѣлаго, болѣе уже не желтоватаго осадка, что при упомянутой температурѣ наступаетъ очень скоро. Теперь разбавляютъ жидкость до 202 куб. сант. (2 куб. сант. соотвѣтствуетъ сѣмю осадка и отмѣчается на колбѣ вмѣстимостью 200 куб. сан. особой черточкой) и 100 куб. сант. фильтрата титруютъ нормальнымъ ѣд-

кимъ натромъ, употребляя въ качествѣ индикатора феноль-фталейнъ. Предположимъ, что ѣдкаго натра израсходовано z куб. сант., а для всего профильтрованного количества потребуется $2z$.

Щавелевая кислота служитъ: 1°) для превращенія переѣси марганца въ закись марганца 2°) для связыванія происшедшей закиси Mn ; 3°) для насыщенья первоначально находящихся окисей, напр. закиси марганца, и 4°) остается еще не израсходованной— $2z$. Израсходованныя для 1° и 2° количества раствора щавелевой кислоты равны между собою и оба вмѣстѣ равны $(x-y)$ величинѣ, полученной по a), такъ какъ щавелевая кислота нормальная, а растворъ хамелеона только полунормальный. Значеніе для 3°) соотвѣтствуетъ израсходованному первоначально количеству щавелевой кислоты минусъ $(x-y)$ и минусъ остатокъ $2z$, такъ образомъ равняется: $25 - x + y - 2z$. (соотв. при очень высокомъ базисѣ $50 - x + y - 2z$). Подъ базисомъ подразумѣвается отношеніе значенія 3°) изъ c къ значенію, найденному по a); послѣднее же выражается $\frac{x-y}{2}$ (потому что ѣдкій натръ нормаленъ, а хамелеонъ— $1/2$ нормаленъ).

$$\text{Итакъ при употребленіи 25 куб. сант. щавелевой кислоты} = \frac{25 - x + y - 2z}{\frac{x-y}{2}} = \frac{50 - 2x + 2y - 4z}{x-y} = \frac{50 - 4z}{x-y} - 2$$

$$\text{и при употребленіи 50 куб. сант. щавелевой к.} = \frac{100 - 4z}{x-y} - 2.$$

Примѣръ. Предположимъ, что 10 куб. сант. регенерированнаго осадка нагрѣты съ 25 куб. сант. нормальной щавелевой кислоты, доведены до 202 куб. сант. и для 100 куб. сант. фильтрата употреблено 1,6 куб. с. нормального ѣдкаго натра. Удвоимъ это количество и отнимемъ отъ 25; получимъ 21,8 куб. с. израсходованной щавелевой к. Отъ послѣдняго числа отнимемъ число куб. сант.

$\frac{1}{2}$ нормалн. хамелеона, необходимаго при титрованіи MnO_2 , въ разсмотрѣнномъ нами случаѣ $35 - 18,5 = 16,5$ куб. сант. Такимъ образомъ для основанія остается 5,3 куб. сант. Раздѣлимъ это число на $\frac{16,5}{2}$ и получимъ число 0,642, принимаемое за основаніе „базисъ“.

Диконовскій способъ полученія хлора.

Изслѣдованіе газа. Газовая смѣсь, выходящая изъ газоваго аппарата, состоитъ изъ хлора неразложеной соляной кислоты, водяного пара, азота, избытка кислорода и углекислоты. Она изслѣдуется на содержаніе хлора и соляной кислоты слѣдующимъ образомъ.

При помощи аспиратора отсасываютъ 5 л. изслѣдуемаго газа, выходящаго изъ разлагающаго аппарата и пропускаютъ его для поглощенія HCl и Cl_2 черезъ 250 куб. сант. ѣдкаго натра уд. вѣса 1,075 (или 10^0 Б.), которые находятся въ 2—3 поглотительныхъ стеклянкахъ (поглотительный аппаратъ надо тщательно соединить съ разлагающимъ аппаратомъ). Время всасыванія должно совпадать со временемъ разложенія заправки въ сульфатной чашѣ. Содержимое всѣхъ стеклянокъ сливаютъ въ одно мѣсто, споласкиваютъ и разбавляютъ до 500 куб. сант.

1. 100 куб. сант. смѣси переносятъ пипеткой въ колбу, снабженную бунзеновскимъ вентилемъ, приливаютъ сюда подкисленный растворъ желѣзнаго купороса, протитрованного раньше въ отдѣльной пробѣ хамелеономъ, и доводятъ до кипѣнія. По охлажденіи, прибавляютъ еще 200 куб. сант. воды и титруютъ $\frac{1}{2}$ нормальнымъ хамелеономъ; пусть послѣдняго пойдетъ y куб. сант., x —количество хамелеона, израсходованнаго на титрованіе 25 куб. сант. желѣзнаго купороса. Тогда получимъ: $(x - y) \cdot \frac{0,0355}{2}$ гр. дѣятельнаго хлора.

2. Къ 10 куб. сант. вышеупомянутаго щелочнаго раствора прибавляютъ немного раствора SO_2 и подкисляютъ его разбавленною сѣрною кислотой, такъ чтобы пахло

сѣрнистымъ газомъ. Нагрѣваютъ до кипѣнія, охлаждаютъ въ случаѣ необходимости, разрушаютъ SO_2 каплей хамелеона, нейтрализуютъ чистой содой, разбавляютъ водой, прибавляютъ нѣсколько нейтральнаго хромовокислаго калия и титруютъ $\frac{1}{10}$ норм. серебрянымъ растворомъ до появленія краснаго цвѣта; пусть пошло этого раствора z куб.

сант. Тогда выраженіе $\frac{50 x - y}{z}$ показываетъ процентное раз-
ложеніе соляной кислоты и $\frac{42,5 + \frac{x - y}{8}}{z}$ число объемовъ воз-

духа на 1 объемъ HCl . Если вмѣсто 5 л. газа отсосать другой объемъ n , то константа 42,5 измѣнится въ $\frac{1,55 n}{50 \times 0,00365}$, въ томъ предположеніи, что въ прочемъ было поступлено точно, какъ упомянуто выше, и что метръ солянокислаго газа при 50° ц. и 760 мм. давленія вѣситъ 1,55 гр.

Younger критикуетъ этотъ способъ работы; по его мнѣнію, поглощеніе газа натровымъ щелокомъ ведетъ къ принципиальной ошибкѣ (которая впрочемъ едва ли велика!) и предлагаетъ свой способъ, именно: сначала газъ пропускаютъ черезъ водный растворъ мышьяковистой кислоты, къ которой въ качествѣ индикатора прибавлено нѣсколько капель индиговой тинктуры, и затѣмъ чрезъ растворъ іодистаго калия. Газъ всасываютъ до тѣхъ поръ, пока не наступитъ обезцвѣчиваніе, и измѣряютъ вытекшую изъ аспиратора воду (подобно тому какъ это дѣлается при изслѣдованіи сѣристыхъ обжигательныхъ газовъ на содержаніе SO_2). Такимъ образомъ можно перечислить поглощенный газъ на объемные проценты; кромѣ того, опредѣляютъ количество хлороводорода, титруя ту же жидкость азотнокислымъ серебромъ, и отъ общаго HCl отнимая то количество, которое соотвѣтствуетъ свободному хлору. Для титрованія серебра, *Люнге* предлагаетъ въ послѣднемъ случаѣ нейтрализовать кислую жидкость чистой содой, небольшою избытокъ который не вредитъ дѣ-

Поэтому нормальный раствор мышьяковистой кислоты долженъ имѣть 4,425 гр. въ литрѣ.

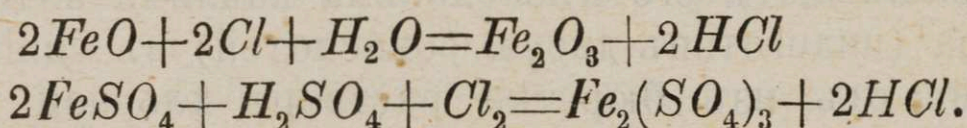
Навѣску мышьяковистой кислоты (As_2O_3) = 4,425 гр. настаиваютъ при нагрѣваніи съ соляной кислотой и 900 куб. сант. воды до полного растворенія и потомъ точно разбавляютъ по охлажденіи до 1 л. Отвѣшиваютъ 10 гр. хлорной извести, растираютъ ее съ небольшимъ количествомъ воды въ фарфоровой или стеклянной ступкѣ въ нѣжное тѣсто, смываютъ послѣднее изъ ступки въ литровую колбу мало-по-малу и разбавляютъ до 1000 куб. сант. Берутъ 10 куб. сант. мышьяковистаго раствора пипеткой, подкрашиваютъ его нѣсколькими каплями индиговаго раствора (индиготинъ-дисульфокислотой) въ синій цвѣтъ и приливаютъ изъ бюретки растворъ хлорной извести до тѣхъ поръ, пока синяя окраска не исчезнетъ. Пока еще содержится въ растворѣ мышьяковистая кислота, она и будетъ окисляться прежде всего хлоромъ, такъ что индиговый растворъ совершенно обезцвѣтится лишь послѣ окисленія послѣднихъ слѣдовъ мышьяковистой к.

Израсходованный объемъ раствора хлорной извести соотвѣтствуетъ 10 куб. сант. хлора, потребнымъ для окисленія взятаго мышьяковистаго раствора, и если мы 1000 раздѣлимъ на израсходованные куб. сантиметры, то получимъ число литровъ газообразнаго хлора, выдѣленныхъ 1 килогр. хлорной извести. Найденныя такимъ образомъ числа называютъ Гей-Люссаковыми градусами; они приняты въ одной Франціи. Въ другихъ же странахъ этотъ старый французскій способъ отвергнуть; онъ даетъ различные результаты, смотря по степени разбавленности и количеству избыточной кислоты; такъ какъ хлоръ и мышьяковистая кислота въ разбавленныхъ растворахъ могутъ находиться рядомъ другъ съ другомъ, то исчезновеніе индиговой окраски нельзя считать за указаніе, что мышьяковистая кислота исчезла; а такъ какъ индиговый цвѣтъ въ мѣстахъ паденія капли хлорнаго раствора отчасти разрушается, то этотъ цвѣтъ становится все слабѣе и слабѣе, и конецъ операціи очень незамѣтенъ. Въмѣсто индиговаго раствора, въ качествѣ индикатора, предложенъ бромистый

калій, при чемъ жидкость, по окончаніи реакціи, становится замѣтно-желтой; но этотъ реактивъ нельзя считать за удовлетворяющій лучше другихъ условіямъ анализа.

2. Способъ Graham-Otto.

Основывается на свойствѣ хлорной извести превращать желѣзныя закисныя соли въ кисломъ растворѣ въ окисныя, при чемъ въ полномъ окисленіи легко убѣдиться пробой на каплю красной кровяной соли. Реакція идетъ по слѣдующему равенству:

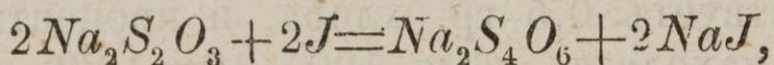


Въ качествѣ закисной желѣзной соли рекомендуютъ желѣзный купоросъ въ подкисленномъ сѣрною кислотою растворѣ. Частичный вѣсъ $2(FeSO_4 + 7H_2O) = 556$ и соотвѣтствуетъ $2Cl = 71$; такимъ образомъ 0,5 гр. можетъ окислить $\frac{556}{142} = 3,915$ гр. желѣзнаго купороса. Отвѣшиваютъ

это количество желѣзной соли, растворяютъ въ 50 куб. сант. воды и подкисляютъ сѣрною кислотою. Затѣмъ отвѣшиваютъ самымъ точнымъ образомъ 5 гр. изслѣдуемой хлорной извести, растираютъ ее тщательно съ водою въ нѣжное тѣсто и споласкиваютъ въ измѣрительную бюретку, раздѣленную на 100 ч. (напр. на $\frac{1}{2}$ куб. сант.), наполняютъ смывною водою до мѣтки и взбалтываютъ, такъ чтобы частицы въ бюреткѣ были взвѣшены и распределены вполне равномерно, чего достичь весьма трудно.

Этотъ хлорный растворъ, который долженъ имѣть молочный видъ и не содержать видимыхъ кусочковъ, приливаютъ капля за каплей при постоянномъ помѣшиваніи въ приготовленный раньше желѣзный растворъ и пробуютъ послѣдній время отъ времени на полное окисленіе желѣза; для этого на стеклянную палочку берутъ каплю жидкости и переносятъ ее на каплю чистой кровяной соли безъ содержанія желѣзистосинеродистаго калия, Если

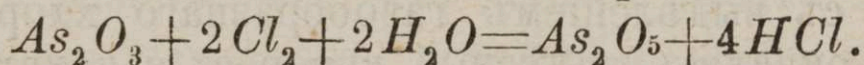
эквивалентное дѣятельному хлору количество іода, растворимаго въ избыткѣ іодистаго калия; свободный іодъ титруютъ сѣрноватисто-кислымъ натромъ по равенству



пока жидкость, окрашенная въ присутствіи крахмального клейстера въ синій цвѣтъ, совершенно не обезцвѣтится. Для анализа: растираютъ 10 гр. хлорной извести съ водою, разбавляютъ до 1 л., берутъ 100 куб. сант. мутнаго = 1 гр. равномѣрно-размѣшаннаго взбалтываніемъ раствора хлорной извести, прибавляютъ къ нимъ 25 куб. с. 10% іоднаго раствора, подкисленнаго соляной кислотою до замѣтной кислой реакціи. Къ коричневой жидкости изъ бюретки теперь спускаютъ $\frac{1}{10}$ нормальный растворъ сѣрноватисто-кислаго натра (= 24,8 гр. кристал. соли на 1 л.), приливаніе происходитъ съ помѣшиваніемъ, и коричневая жидкость мало-по-малу свѣтлѣетъ и наконецъ обезцвѣчивается, что указываетъ на конецъ реакціи. Переходъ—вполнѣ рѣзкій и вѣрный. Израсходованные куб. сантиметры сѣрноватисто-кислаго натра, умноженные на 0,355 гр., выражаютъ въ процентахъ дѣятельный хлоръ въ хлорной извести. Этотъ методъ очень удобенъ и точенъ въ отсутствіи хлорноватыхъ солей; но когда въ хлорной извести содержится хоть немного послѣднихъ,—точность способа является сомнительной.

4. Способъ Пено

заслуживаетъ особаго вниманія по простотѣ выполненія и точности. Въ основѣ его лежитъ реакція:



1) Отвѣшиваютъ $\frac{1}{40}$ молекулы = 4,95 гр. измельченной

въ порошокъ химически-чистой As_2O_3 и растворяютъ въ 200 гр. кипящей воды, куда прибавляютъ 20 гр. чистой соды, а еще лучше двууглекислой соды (такъ какъ послѣдняя—чище и не содержитъ сѣрнистыхъ соединений). Если нельзя достать химически чистой (pro analysi) мышья-

ковистой кислоты, то рекомендуютъ продажный мышьякъ въ порошокъ очистить предварительной возгонкой (см. 1-й вып. Техническаго анализа, стр. 39) и потомъ уже взять точную навѣску As_2O_3 , именно 4,95 гр. Титровать растворъ чистой кислоты іодомъ нѣтъ надобности. Послѣ растворенія As_2O_3 въ 200 гр. воды (какъ выше было сказано) съ 20 гр. чистой соды, растворъ сливаютъ въ литровую колбу и доливаютъ до мѣтки дистиллированной водою. Приготовленный такимъ образомъ растворъ можетъ сохраняться цѣлые годы безъ всякаго измѣненія.

2) Приготавливается бумага, пропитанная іодистымъ калиемъ и крахмаломъ; а именно: отвѣшиваютъ 2—3 гр. крахмала, кипятятъ въ 200—300 куб. сант. воды, фильтруютъ, прибавляютъ 2—3 гр. іодистаго калия и этимъ растворомъ пропитываютъ шведскую пропускную бумагу, высушиваютъ, разрѣзываютъ на небольшія полоски.

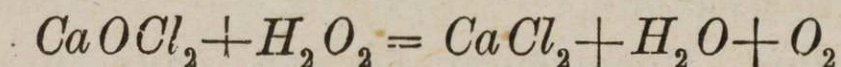
3) Отвѣшиваютъ 7,1 гр. хлорной извести (точно), растворяютъ сначала въ небольшомъ количествѣ воды съ растираніемъ въ стеклянной (или фарфоровой) ступкѣ, растворъ сливаютъ въ литровую колбу, остатокъ снова обливаютъ нѣкоторымъ количествомъ воды, споласкиваютъ въ колбу и такъ до трехъ разъ наконецъ, споласкиваютъ послѣдніе слѣды извести, смываютъ ступку, доливаютъ колбу до литровой мѣтки и для каждой пробы берутъ пипеткой 50 куб. сант. *не свѣтлаго, но мутнаго, предъ каждымъ взятіемъ перемѣшаннаго раствора* $= 0,355$ гр. Если бы 50 куб. сант. содержали 100 проц. бѣлящаго хлора, то для титрованія потребовалось бы спустить 100 куб. сант. мышьяковистой кислоты, но такъ какъ самые лучшіе сорта извести содержатъ только 40—39% хлора, то на 50 куб. сант. As_2O_3 придется спустить меньше, и *спущенное количество куб. сант. прямо покажетъ процентность хлорной извести.*

4) Титрованіе. Переносятъ 50 куб. сант. мутнаго раствора хлорной извести въ стаканъ, при помѣшиваніи палочкой приливаютъ изъ бюретки мышьяковистую кислоту, не сразу все требуемое количество, (а напр. 30 куб. сант., вмѣсто требуемыхъ 33, словомъ немного меньше,

чѣмъ надо по предположенію; не мѣшаетъ помнить, что лучшіе сорта хлорной извести, только что взятой изъ аппарата, содержитъ 39—40%, а обыкновенно 35—36%); послѣ прилитія мышьяковистой к., берутъ каплю титруемой жидкости стеклянной палочкой и переносятъ ее на смоченную водою реактивную бумажку (пропитанную іодистымъ калиемъ и крахмаломъ). Смотря по интенсивности синяго окрашиванія на бумажкѣ, продолжаютъ приливать мышьяковистый растворъ. Сначала капля окраситъ бумажку въ темно-синій, даже красновато-коричневый цвѣтъ, затѣмъ послѣ дальнѣйшаго приливанія As_2O_3 , этотъ цвѣтъ измѣнится въ тонъ, сдѣлается свѣтлѣе, чуть замѣтнымъ и наконецъ вовсе пропадетъ. Обыкновенно, послѣ нѣкотораго навыка, ограничиваются 4—5 такими пробами на каплю. Отсчитываютъ мышьяковистую к. въ куб. сант. Это и будетъ процентнымъ содержаніемъ хлорной извести.

5) *Способъ Пено, измѣненный Моромъ.* Какъ и въ предыдущемъ способѣ, берутъ 50 куб. сант. раствора хлорной извести (7,1 гр. въ 1 л.) и титруютъ $\frac{1}{10}$ нормальнымъ растворомъ мышьяка (As_2O_3); при чемъ послѣдній спускаютъ въ избытокъ; прибавляютъ нѣсколько крахмального раствора и обратно титруютъ $\frac{1}{10}$ нормальнымъ іоднымъ растворомъ до появленія синяго окрашиванія. Пусть израсходовано мышьяковистаго раствора x куб. сант., для обратнаго титрованія потребовалось y —іоднаго раствора, разность $(x-y)$ —процентному содержанію хлорной извести.

6) *Волюметрический способъ*, предложенный проф. Люнге въ нитрометрѣ или газъ-волюметрѣ съ дополнительными стеклянками. Этотъ способъ—копія способа, описаннаго нами въ анализѣ пиролюзита, только съ тѣмъ видоизмѣненіемъ, что вмѣсто MnO_2 для изслѣдованія берутъ хлорную известь. Вотъ реакція:



Для анализа растворяютъ 20 гр. хлорной извести въ 500 куб. сант. воды и для каждой пробы берутъ 5 куб. сант. раствора = 0,2 гр. хлорной извести; тогда каждый куб. сант. выдѣлившагося кислорода (приведеннаго къ

0° и 760 мм. баром. давленія) соотвѣтствуетъ 5 гейлюссаковымъ градусамъ или 1,58 вѣсовымъ процентамъ хлора.

Употребляемая для разложенія хлорной извести перекись водорода должна имѣть щелочную реакцію; это достигается прилитіемъ ѣдкаго натра къ ней по каплямъ до появленія хлопьевъ. Слѣдуетъ избѣгать избытка ѣдкаго натра. Газъ-волюметрический способъ даетъ болѣе повышенные результаты, чѣмъ способъ Пено., приблизит. на 0,2 вѣсов. проц. или 0,6 франц. градуса; но способъ можетъ служить превосходнымъ контролемъ способа Пено, такъ какъ при немъ аналитикъ не зависитъ отъ правильности установленнаго титра $\frac{1}{10} N-As_2O_3$. Ртуть въ измѣрительной трубкѣ устанавливають сначала на 0; затѣмъ изъ пипетки спускаютъ 5 куб. сант. раствора хлорной извести въ наружное пространство дополнительн. стеклянки (а), а во внутренній цилиндрикъ (b) наливають перекись водорода, осторожно стеклянку переносятъ въ большой стаканъ съ водою, уравнивають температуру и точно устанавливаютъ ртуть на 0, потомъ наклоняютъ стеклянку, и перекись водорода выльется изъ цилиндрика, встряхиваютъ, ставятъ въ сосудъ съ водою, повторяютъ и т. д., затѣмъ устанавливаютъ уровень ртути въ измѣрительной и уравниваютъ трубкахъ нитрометра на 0, запираютъ кранъ е и отчитываютъ объемъ газа, (какъ отчитываютъ выдѣлившійся газъ въ газъ-волюметрѣ, см. 93 стр. 1-го выпуска „Техническаго анализа“.)

Примѣчаніе. Во всѣхъ описанныхъ способахъ анализа, хлорную известь предъ взятіемъ пробы или предъ наливаніемъ въ бюретку и во время самаго титрованія слѣдуетъ тщательно перемѣшивать, чтобы титруемый растворъ имѣлъ видъ мутной, а не прозрачной жидкости. Это безусловно необходимо, потому что никогда весь бѣлящій хлоръ не переходитъ въ растворъ, но его часть остается въ осадкѣ и т. д.

Далѣе приведена таблица Паттинсона, по которой можно найти отношеніе между принятыми во Франціи гейлюссаковыми градусами и процентнымъ содержаніемъ бѣлящаго хлора въ изслѣдуемой хлорной извести.

Француз. градусы.	Проценты хлора.	Француз. градусы.	Процен- ты хлора.	Француз. градусы.	Процен- ты хлора.	Француз. градусы.	Процен- ты хлора.
63	20.02	80	25.42	97	30.82	114	36.22
64	20.34	81	25.74	98	31.14	115	36.54
65	20.65	82	26.06	99	31.46	116	36.86
66	20.97	83	26.37	100	31.78	117	37.18
67	21.29	84	26.69	101	32.09	118	37.50
68	21.61	85	27.01	102	32.41	119	37.81
69	21.93	86	27.33	103	32.73	120	38.13
70	22.24	87	27.65	104	33.05	121	38.45
71	22.56	88	27.96	105	33.36	122	38.77
72	22.88	89	28.28	106	33.68	123	39.08
73	23.20	90	28.60	107	34.00	124	39.40
74	23.51	91	28.92	108	34.32	125	39.72
75	23.83	92	29.23	109	34.64	126	40.04
76	24.15	93	29.55	110	34.95	127	40.36
77	24.47	94	29.87	111	35.27	128	40.67
78	24.79	95	30.19	112	35.59		
79	25.10	96	30.51	113	35.91		

Слѣдующая таблица, составленная Люнге и Бахофеномъ, показываютъ уд. вѣса растворовъ бѣлильной извести. Для растворенія былъ взятъ образецъ хорошей хлорной извести; составъ раствора:

Бѣлящаго хлора	72,17	гр.	въ 1 л.
Хлора, связаннаго въ $CaCl_2$	6,74	„ „ „	
Хлора, связаннаго въ $CaClO_3$	0,13	„ „ „	
Извести	65,53	„ „ „	

Или перечисливъ на соли, находящіяся дѣйствительно въ растворѣ, имѣемъ:

$CaOCl_2$	129,09	гр.	въ л.
$CaCl_2$	10,54	„ „ „	
$Ca(ClO_3)_2$	0,38	„ „ „	
$Ca(OH)_2$	4,21	„ „ „	

На основаніи выписаннаго анализа, это — обыкновенный продажный товаръ, и приводимая таблица можетъ сослужить пользу въ практическомъ примѣненіи.

Удѣльные вѣса растворовъ хлорной извести.

Удѣльн. вѣсъ при 15°.	Бѣлящаго хлора гр въ литрѣ.	Удѣльн. вѣсъ при 15°.	Бѣлящаго хлора гр. въ литрѣ.	Удѣльный вѣсъ при 15°.	Бѣлящаго хлора гр. въ литрѣ.
1.1155	71.79	1.0800	49.96	1.0350	20.44
1.1150	71.50	1.0750	45.70	1.0300	17.36
1.1105	68.40	1.0700	42.31	1.0250	14.47
1.1100	68.00	1.0650	39.10	1.0200	11.41
1.1060	65.33	1.0600	35.81	1.0150(2°Б)	8.48
1.1050	64.50	1.0550	32.68	1.0100	5.58
1.1000	61.50	1.0500	29.60	1.0050(3/4°Б)	2.71
1.0950	58.40	1.0450	26.62	1.0025(1/3°Б)	1.40
1.0900	55.18	1.0400	23.75	1.000	слѣды.
1.0850	52.27				

Анализъ бѣлильныхъ растворовъ, какъ онъ установленъ въ мастерскихъ химико-техническаго училища имени **Ө. В. Чигова**.

А) Опредѣляютъ ареометромъ (съ 3 десятичными знаками) удѣльный вѣсъ изслѣдуемаго раствора хлорной извести (можно измѣрить крѣпость раствора ареометромъ Боме).

Крѣпость щелока, употребляемаго для бѣленія, никогда не должна быть выше 2°Б. или его удѣл. вѣсъ не долженъ превосходить 1,0150 при 15° Ц.

В) Если крѣпость щелока = $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{3}$ °Б. или удѣл. вѣсъ = 1,0025, то берутъ для изслѣдованія 100 куб. сант. раствора и приливаютъ къ нему сначала 30 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нормальнаго раствора As_2O_3 , потомъ 35; 39,5 куб. с. и послѣ cadaго прилитія пробуютъ каплей на бумажку, пропитанную іодистымъ калиемъ и крахмаломъ; если послѣ третьей пробы на бумажкѣ не окажется никакого пятна, то растворъ содержитъ въ литрѣ — 1,420 гр. бѣлящаго хлора (или въ 100 куб. с. 0,140225 гр.)

С) Если крѣпость изслѣдуемаго раствора = $\frac{3}{4}$ °Б. или 1,0050 уд. в., то для изслѣдованія такого раствора бе-

руть 50 куб. сант. Если для титрованія 50 куб. сант. пойдет 38 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нормального As_2O_3 , то онъ содержитъ въ литрѣ 2,71 гр.

D) Если крѣпость щелока = 2^0 Б или 1,015 уд. вѣса, то для изслѣдованія такого раствора берутъ 10 куб. сант. Допустимъ, что для титрованія 10 куб. сант. пойдетъ 22 — 24 куб. с. $\frac{1}{10}$ $N-As_2O_3$, въ такомъ случаѣ этотъ растворъ содержитъ въ литрѣ 8,48 гр. дѣятельн. хлора.

Испытаніе камернаго воздуха на содержаніе хлора въ немъ, введенное англійскими алкали-инспекторами.

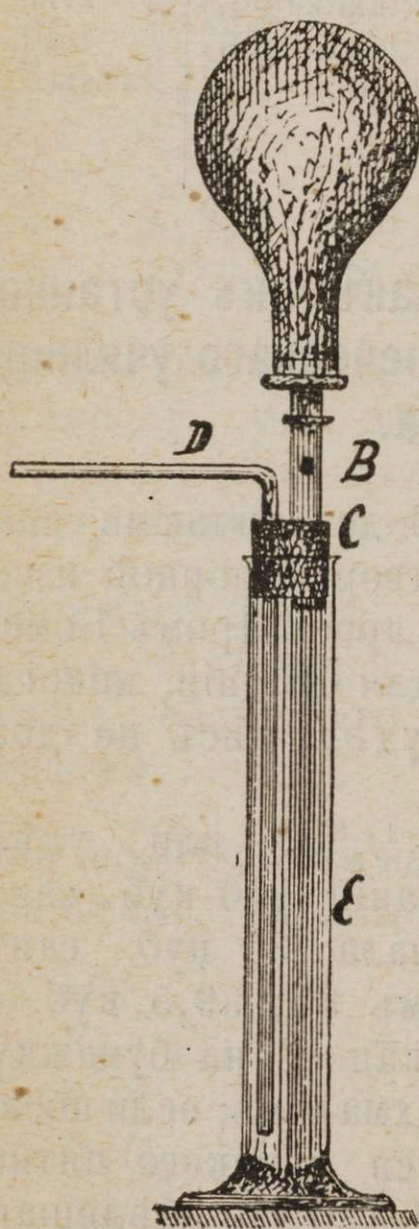


Рис. 9.

1. Распространенный въ Англіи аппаратъ представленъ на рис. 9. *A* — обыкновенный каучуковый шприцъ, вмѣстим. 4 унціи (около 100 куб. сант.); въ его мундштукъ оставлена маленькая дырочка *B*; конецъ мундштука входитъ въ пробку *C*; черезъ ту же пробку входитъ согнутая подъ прямымъ угломъ стеклянная трубка *D*, которая другимъ своимъ концомъ доходитъ почти до дна цилиндра *E*. Нижній конецъ *D* долженъ быть настолько суженъ, чтобы черезъ него проходила только тонкая игла. *E* наполняютъ растворомъ, приготовленіе котораго описано ниже, наружный конецъ *D* сообщаютъ съ отверстіемъ въ камерной стѣнѣ, на высотѣ 60 сант. отъ дна камеры; вполне сдавливаютъ каучуковый шаръ рукою, затѣмъ дырку *B* плотно закрываютъ пальцемъ и прекращаютъ давить на *A*. Тогда резинъ

новый шаръ распустится и всосетъ камерный воздухъ.

черезъ *D* и жидкость въ *E*. Когда кончится первое всасываніе, сжатіе и распусканіе шара повторяютъ и замѣчаютъ число накачиваній, необходимыхъ для окрашиванія жидкости въ *E*. Каждое наполненіе шара $\equiv$ 4 унціямъ соответствуетъ $\frac{1}{250}$ куб. ф. Растворъ, показывающій при 10 накачиваніяхъ шара $2\frac{1}{2}$ грана хлора въ кубич. футъ (так. образомъ при пяти накачив. 5 грановъ), готовится слѣдующимъ образомъ: 0,3485 гр. мышьяковистой

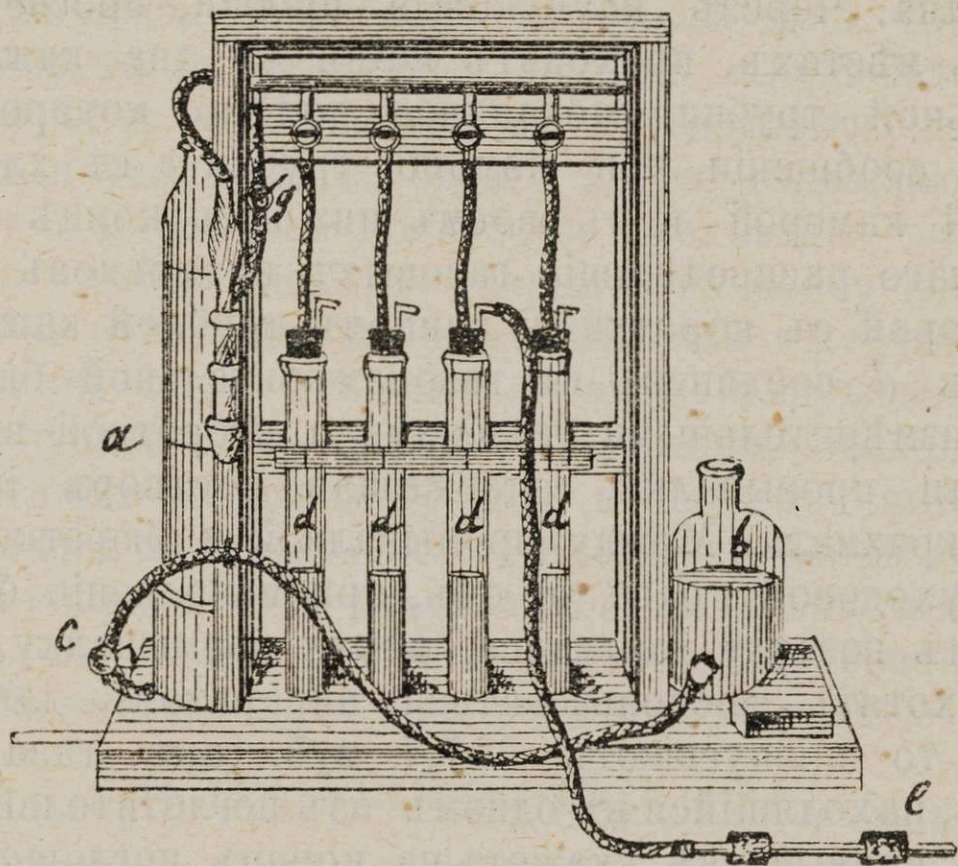


Рис. 10.

кислоты растворяютъ въ содѣ и нейтрализуютъ сѣрною кислотою, затѣмъ вводятъ 25 гр. іодистаго калія, 5 гр. осажденнаго углекислаго кальція, 6—10 капель амміака, и все это разбавляютъ до 1 л. водою; для каждой пробы употребляютъ 26 куб. сант. съ прибавленіемъ небольшого количества крахмального клейстера.

2. Изящный способъ для опредѣленія непоглощеннаго хлора въ хлорно-известковыхъ камерахъ предложенъ Флемингомъ-Старкомъ (см. рис. 10) *a*—газоизмѣрительная бюретка, наполненная водою и соединенная каучуковой труб-

кой со стеклянкой *b*. Между бюреткой и стеклянкой находится кранъ *c* съ двумя взаимно-перпендикулярными от-
верстіями; изъ нихъ одно съ малымъ діаметромъ, а дру-
гое—съ большимъ; такое устройство даетъ возможность
водѣ быстро набираться въ бюретку, когда идетъ дѣло о
наполненіи бюретки, и тихо убывать, когда пропускаютъ
газъ черезъ растворъ. Каждая изъ четырехъ трубокъ
d, содержащихъ водные растворы іодистаго калия, соеди-
нена съ газоизмѣрительной бюреткой при помощи стеклян-
наго крана. Черезъ каучуковые пробки, просверленные
въ двухъ мѣстахъ, проходитъ почти до дна каждой по-
глотительной трубки стеклянное колѣно, которое нахо-
дится въ сообщеніи при помощи трубки *e* съ хлорно-из-
вестковой камерой и въ своемъ нижнемъ концѣ сужено
для лучшаго распредѣленія газовыхъ пузырьковъ въ жид-
кости; второй съ короткимъ концемъ трубкой каждый по-
глотитель *d* соединенъ съ газоизмѣрительной бюреткой.
Между измѣрительными трубками и бюреткой включена
небольшая промывалка, содержащая растворъ іодистаго
калия и крахмала. Между промывалкой и бюреткой нахо-
дится двуходовой кранъ *g*; онъ, при наполненіи бюретки,
позволяетъ воздуху удалиться, минуя промывалку.

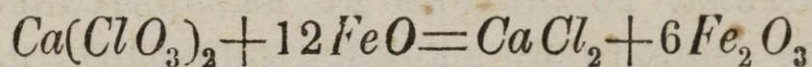
Если хотять воспользоваться аппаратомъ для цѣлей
анализа, то пропускаютъ 387,7 куб. сант. газа черезъ
растворъ, находящійся въ одномъ изъ поглотителей *d*. Рас-
творъ въ промывалкѣ укажетъ на конецъ поглощенія хло-
ра поглотителемъ *d*; послѣ этого содержимое поглотителей
выливаютъ въ стаканчикъ и титруютъ $\frac{1}{10}$ нормальнымъ
растворомъ As_2O_3 . Число куб. сант. этого раствора, умно-
женное на 2, покажетъ количество грановъ хлора, содер-
жащагося въ куб. футѣ камернаго газа (1 гранъ=0,0648
грам.; 1 англ. куб. ф=0,0283 куб. м.).

Анализъ бертолетовой соли.

А. Добываніе $KClO_3$.

Проба на содержаніе хлорноватой кислоты въ хлорно-
вато-кальціевыхъ щелокахъ производится многими способами;

изъ нихъ самый легкій и быстрый состоитъ въ слѣдующемъ: растворяютъ 100 гр. чистаго желѣзнаго купороса и 100 гр. англійской сѣрной кислоты въ 1 л. воды; титръ этого раствора повѣряютъ $\frac{1}{2}$ —нормальнымъ хамелеономъ, каждый к. с. котораго выдѣляетъ 0,004 гр. кислорода (установка $\frac{1}{2}$ норм. хамелеона см. 41 стр. 1-го вып. Техническаго анализа). Предположимъ, что на каждые 25 к. с. желѣзнаго раствора мы израсходовали 20,5 куб. сант. хамелеоннаго раствора. Одной установки титра, которая потребуетъ 3—5 минутъ времени, достаточно на цѣлый день. Потомъ пипеткой берутъ опредѣленный объемъ хлорноватокальціеваго щелока и переливаютъ въ круглодонную колбу, кипятятъ для удаленія свободнаго хлора, охлаждаютъ, прибавляютъ достаточное количество желѣзнаго купороса и избытокъ сѣрной кислоты, закрываютъ колбу каучуковой пробкой съ бунзеновскимъ вентилемъ или съ трубкой дважды согнутой подъ прямымъ угломъ (наружный конецъ трубки опускаютъ въ стаканъ съ дистиллированной водой) и нагреваютъ содержимое, подъ конецъ до кипѣнія, поддерживаемаго въ продолженіе 2—3 минутъ. Тогда вся хлорноватокальціевая соль превратится въ хлористый кальцій (соотвѣт. въ сѣрнокислый) и желѣзный купоросъ нѣкоторой своей частью перейдетъ въ сѣрно-желѣзную окись:



Такимъ образомъ весь кислородъ хлорноватокальціевой соли пойдетъ на окисленіе желѣза. По охлажденіи (при чемъ спаденіе каучуковаго вентиля или поднятіе воды изъ стаканчика въ колѣнчатую трубку предупредитъ окисленіе желѣзнаго купороса отъ соприкосновенія съ воздухомъ), обратно титруютъ $\frac{1}{2}$ норм. хамелеономъ и такимъ образомъ опредѣляютъ количество израсходованнаго на раскисленіе хлорноватой к. желѣзнаго купороса и вмѣстѣ съ этимъ количество хлорноватокальціевой соли. Такъ какъ каждый куб.сант. $\frac{1}{2}$ нормальнаго раствора $KMnO_4$ выдѣляетъ 0,004 гр. O, а 122,6 гр. $KClO_3$ отдаютъ 48 O, то каждый куб. сант. хамелеона соотвѣтствуетъ $\frac{122,6}{12.1000} = 0,01021$. $KClO_3$ или

0,00621 KCl . Предположимъ, что продажный хлористый калий содержитъ 95% KCl ; поэтому каждый куб. сант.

$\frac{1}{2}$ $KMnO_4$ равносильнъ $\frac{0,00621 \times 100}{95} = 0,006537$ гр. упо-

требляемаго хлористаго калия. Примѣръ: для анализа мы взяли навѣску = 2 куб. сант. хлорноватокальціеваго щелока, и окисленное имъ желѣзо эквивалентно 15,5 куб. сант. хамелеона. Каждый литръ такого щелока долженъ дать $15,4 \times 500 \times 0,01021$ гр. $KClO_3$ и для объёмнаго разложенія потребуеъ $15,5 \times 500 \times 0,006537$ гр. 95-ти % хлористаго калия. На практикѣ не довольствуются строго теоретическимъ количествомъ хлористаго калия, но употребляютъ нѣсколько больше, приблизительно на 3 процента.

В. Изслѣдованіе маточнаго раствора въ кристаллизационныхъ сосудахъ.

Въ маточныхъ щелокахъ должно оставаться самое меньшее около 10 проц. хлорноватокальціевой соли, и въ литрѣ раствора содержаться послѣдней соли отъ 18 до 36 гр. Обыкновенно въ литрѣ маточнаго щелока содержится около 25 гр. $KClO_3$. Если содержаніе соли поднимается выше этого предѣла, то щелокъ въ выпарительныхъ коробкахъ былъ не достаточно сконцентрированъ, или ему дали кристаллизироваться въ кристаллизаторахъ короткое время, или недостаточно прибавили хлористаго калия.

Хлорноватокальціевая соль опредѣляется по А). Хлористый калий осаждается хлорной платиной; его въ литрѣ должно быть на 10 гр. больше противъ того количества, какое соотвѣтствуетъ наличной хлорноватой кислотѣ.

В) Изслѣдованіе готовой бертолетовой соли.

1) Качественное изслѣдованіе. Соль не должна реагировать ни щелчно, ни кисло и не должна быть гигроскопичной. Если растворить значительное ея количество (50 гр.), то долженъ получиться вполне прозрачный

растворъ, не содержащій осадка на днѣ и органическаго вещества; онъ съ хлористымъ баріемъ не долженъ давать реакціи на SO_3 , съ растворомъ серебра показывать слабую реакцію на присутствіе хлористыхъ солей; съ сѣрнистымъ аммоніемъ не должно получиться осадка (свинца, желѣза, марганца).

а) *Влажность* (маточный растворъ, удерживаемый солью механически) узнается потрескиваніемъ пробы при незначительномъ нагрѣваніи.

б) *Металлы, земли и хлористыя соли.* Водный растворъ (1:20) не долженъ давать осадка или мути, при пропусканіи черезъ него сѣроводорода, отъ прилитія щавелевокислаго аммонія, азотнокислаго серебра.

Въ частности марганецъ по Разенаку опредѣляется сплавленіемъ образчика въ серебряномъ или платиновомъ тиглѣ съ кусочкомъ ѣдкаго кали (зеленый сплавъ, растворимый въ водѣ съ зеленымъ цвѣтомъ); по насыщеніи уксусной кислотою, жидкость краснѣетъ.

с) *Натръ (хлористый натръ)* осаждается изъ анализируемаго раствора въ видѣ бѣлаго осадка пиросурьмянокислаго натрія. Хлористый калий и натрій составляютъ чаще всего встрѣчающіяся примѣси бертолетовой соли. Если дѣло идетъ не объ абсолютно чистомъ хлорноватокисломъ калии, то можно считать бертолетовую соль удовлетворительной, если она съ серебрянымъ растворомъ даетъ слабую опалесценцію.

д) На хлорноватистокислыя соли пробуютъ, нагрѣвая нѣсколько граммовъ бертолетовой соли въ небольшой ретортѣ, пропуская выдѣляющійся кислородъ чрезъ дестиллированную воду и раздѣляя растворъ на двѣ половины: одну смѣшиваютъ съ нѣсколькими каплями лакмусовой тинктуры, другую со слабымъ индиговымъ растворомъ. Обезцвѣчиваніе въ обояхъ случаяхъ указываетъ на хлоръ, т.-е. хлорноватистокислыя соли. Присутствіе послѣднихъ въ бертолетовой соли обнаруживается по замѣтному хлорному запаху, который нерѣдко имѣетъ собранный въ газометрахъ кислородъ.

е) *Винная кислота* обнаруживается при нагреваніи воднаго раствора на водяной банѣ (замѣтный хлорный запахъ).

ф) *Азотнокислый калий*. Нагреваютъ 1 гр. соли съ 5 куб. сант. ѣдкаго натра; если при этомъ, вслѣдствіе содержанія амміачныхъ соединений, выделяется амміакъ, то кипяченіе продолжаютъ до выгона всего амміака. Потомъ въ охлажденную жидкость помещаютъ 0,5 гр. цинковыхъ опилокъ и 0,5 гр. желѣзнаго порошка и снова нагреваютъ. Выделяющійся теперь амміакъ обусловливается содержаніемъ азотнокислаго натра.

II) Количественное изслѣдованіе.

Первый способъ.

а) Содержаніе хлорноватокалиевой соли опредѣляется по Крауху слѣдующимъ образомъ:

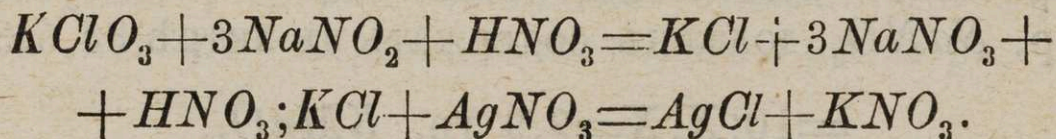
0,100 гр. бертолетовой соли обливается концентрированной соляной кислотой (не содержащей хлора) въ бунзеновскомъ аппаратѣ для опредѣленія хлора и нагревается (см. раньше опредѣленіе пиролюзита); выдѣлившійся хлоръ поглощается избыткомъ іодистаго калия, раствореннаго въ водѣ, и вытѣсняетъ изъ послѣдняго свободный іодъ. Послѣдній титруется $\frac{1}{10}$ нормальнымъ сѣрноватистокислымъ натромъ. Если бы бертолетовая соль оказалась химически-чистой 100% хлорноватокалиевой солью, то для титрованія потребовалось бы израсходовать 48,9 куб. сант. $\frac{1}{10}$ норм. сѣрноватистокислаго натра, такъ какъ каждый спущенный куб. сант. $\frac{1}{10}$ норм. $Na_2S_2O_3$ соотвѣтствуетъ (при 0,1 гр. навѣскѣ) 2,045% $KClO_3$.

По Разенаку для опредѣленія хлорноватокислаго калия въ бертолетовой соли поступаютъ слѣдующимъ образомъ: изъ раствора 0,3—0,4 гр. изслѣдуемаго вещества въ 100 куб. сант. воды осаждаютъ хлористый калий самымъ точнымъ образомъ, титруя азотнокислымъ серебромъ и употребляя въ качествѣ индикатора хромовокислый калий; потомъ прибавляютъ еще нѣсколько капель серебрянаго раствора и, сильно перемѣшивая, даютъ возможность произшедшему осадку собраться въ одно цѣлое; потомъ еще

прибавляют немного хромовокислого калия, пока еще увеличивается краснѣніе жидкости, вслѣдствіе чего снова осаждается избытокъ серебра, и наконецъ еще незначительный избытокъ хромовокислого калия. Послѣ этого, фильтруютъ въ колбу, осадокъ промываютъ водою, соединенный фильтратъ сильно подкисляютъ сѣрной кислотой, сливаютъ его въ наклонно поставленную колбу и бросаютъ въ жидкость нѣсколько кусочковъ металлическаго цинка и оставляютъ въ соприкосновеніи жидкость съ послѣднимъ до прекращенія выдѣленія водорода и до перехода желтоватаго цвѣта въ совершенно зеленый. Тогда можно принять, что весь хлорноватокислый калий возстановился въ хлористый калий. Сливаютъ растворъ съ избытка цинка, послѣдній промываютъ водою; лучше сливаніе производить чрезъ фильтръ. Собранный фильтратъ и смывки подкисляютъ азотной к. и осаждаютъ азотнокислымъ серебромъ. Осадокъ собираютъ на фильтръ, промываютъ, высушиваютъ, снимаютъ съ фильтра, прокаливаютъ въ фарфор. т. и т. д. (см. аналитич. химію Меншуткина, 8 изд. стр. 306 § 120).

б) *Хлористый калий*: титруютъ 1 гр. вещества въ 100 куб. сант. $\frac{1}{10}$ норм. азотнокислымъ серебромъ, употребляя въ качествѣ индикатора K_2CrO_4 .

Второй способъ опредѣленія хлорноватой кислоты основанъ на ея свойствѣ окислять азотистую кислоту или азотистокислыя соли въ подкисленномъ азотною кислотой растворѣ, при чемъ хлорноватая кислота или ея соль переходитъ въ HCl или хлористую соль. Тогда растворъ усредняютъ и титруютъ $\frac{1}{10}$ норм. растворомъ $AgNO_3$ или кислый растворъ осаждаютъ азотнокислымъ серебромъ. Реакція происходитъ по слѣдующему равенству:



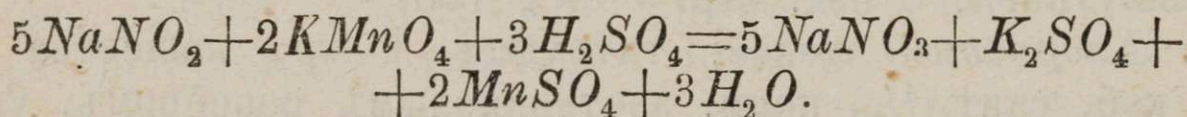
Употребляемый для анализа азотистокислый натръ или азотистокислый свинецъ должны быть химически-чистыми препаратами относительно хлористыхъ соединений.

Можно употребить избытокъ азотистонатріевой соли, приливая ее къ подкисленному азотной кислотою раствору бертолетовой соли и титруя избытокъ $NaNO_2$ $\frac{1}{2}$ или $\frac{1}{10}$ норм. $KMnO_4$. Вдаваться въ подробности здѣсь мы не будемъ.

Анализъ нитрита.

Эта соль, раньше употреблявшаяся лишь въ красочныхъ фабрикахъ для приготовленія азо-красокъ, въ послѣднее время стала добываться на химическихъ заводахъ въ значительномъ количествѣ, такъ какъ она находитъ непосредственное примѣненіе въ красильныхъ и ситценабивныхъ фабрикахъ, гдѣ она употребляется для діазотированія органическихъ основаній прямо на волокнѣ.

А) Анализъ этой соли основывается на окисленіи ея дѣятельной части, азотистой кислоты, хамелеономъ въ азотную кислоту по слѣдующему равенству:



1) Для удобства вычисленій, рекомендуется приготовить растворъ марганцовокаліевой соли, куб. сант. которой показываетъ 0,01 гр. $NaNO_2$, т.-е. 1 литръ окислить 10 гр. $NaNO_2$.

Такъ какъ по вышеприведенному равенству:

$$\frac{1}{5} KMnO_4 = \frac{NaNO_2}{2}, \text{ то } 31,6 \text{ гр.}$$

марганцовокаліевой соли окислить 34,5 гр. $NaNO_2$. Поэтому растворъ хамелеона, окисляющій въ 1 куб. сант. 0,01 гр. $NaNO_2$, долженъ содержать въ литрѣ $34,5:31,6=$

$$=10:X; X=9,9 \text{ гр. } KMnO_4.$$

Такъ какъ мы растворъ хамелеона устанавливаемъ по желѣзу, то теперь вычислимъ, какое количество мягкой проволоки намъ надо отвѣсить, чтобы получить желѣзный

растворъ, куб. сантиметръ котораго былъ бы равнозначенъ содержанію $0,01NaNO_2$ въ куб. сант.

$$34,5 : 56 = 0,01 : x. \text{ Отсюда}$$

$$X = 0,016231884 \text{ Fe.}$$

Но для точной установки титра марганцовокислаго калия приходится сдѣлать не одну пробу, а нѣсколько; поэтому вычислимъ, какое количество желѣза потребуется для 250 куб. сант. желѣзнаго раствора:

$$250 \times 0,016231884 = 4,057971 \text{ гр. Fe.}$$

Отвѣсимъ проволоки немного болѣе вычисленнаго, напр. 4,1 гр. Такъ какъ желѣзо 99,4 процентное, то въ навѣскѣ чистаго желѣза содержится:

$$\frac{4,1 \times 99,6}{100} = 4,0836 \text{ гр. Fe.}$$

Для анализа возьмемъ пипеткой 25 куб. сант. желѣзнаго раствора или $\frac{1}{10}$ часть 250 куб. с. = 0,40836 гр. Fe

(Раствореніе желѣза ведутъ въ круглодонной колбѣ, закрываемой каучуковой пробкой и снабженной бунзеновскимъ вентилемъ, какъ это дѣлается при установкѣ $\frac{1}{2}$ норм. хамелеона).

Если бы хамелеонъ, приготовленный раствореніемъ 9,95 гр. $KMnO_4$ въ литръ дистиллированной воды, точно соотвѣтствовалъ въ каждомъ куб. сант. 0,01 гр. $NaNO_2$, то для титрованія желѣза потребовалось бы.

$$\frac{0,40836}{0,016231884} = 25,15 \text{ куб. сант. его.}$$

Но такъ какъ растворъ приготовленъ нѣсколько крѣпче требуемаго, то для окисленія 0,40836 гр. Fe требуется меньше марганцовокалиеваго раствора, именно: 24,85 куб. сант.

На этомъ основаніи растворъ хамелеона мы разбавимъ водою для приведенія къ требуемой разбавленности. На каждые 24,85 куб. сант. прибавимъ $25,15 - 24,85 = 0,30$ куб. с. воды и т. д. Сдѣлаемъ вторую пробу, а въ слу-

чаѣ надобности, — третью и т. д., словомъ, пока для титрованія 25 куб. сант. *Fe* не пойдетъ точно 25, 15 куб. сант. хамелеона. Тогда мы имѣемъ растворъ хамелеона, каждый куб. сант. котораго = 0, 01 гр. $NaNO_2$.

Для изслѣдованія нитрита, отвѣсимъ около 5 гр. этой соли на простыхъ вѣсахъ, пересыпемъ навѣску въ колбочку, взвѣсимъ послѣднюю вмѣстѣ съ навѣской, опорожнимъ ее въ $\frac{1}{2}$ -литровую колбу, растворимъ и по раствореніи долъемъ до мѣтки, между тѣмъ опорожненную колбочку снова взвѣсимъ и опредѣлимъ изъ разности вѣсъ взятой для анализа соли.

Теперь изъ бюретки, наполненной хамелеономъ, титръ котораго только что нами установленъ, спускаемъ въ стаканъ выш. 12 сант. и шириною 8 сант. 45—46 куб. сант. хамелеоннаго раствора, доливаемъ стаканъ до половины водою и 20—30 куб. сант. разбавленной сѣрной кислоты (1 : 5). Затѣмъ пипеткой вмѣстим. 50 куб. сант. возьмемъ $\frac{1}{10}$ ч. нитритнаго раствора, сольемъ ее въ приготовленный растворъ хамелеона въ стаканѣ и, послѣ наступившаго обезцвѣчиванія, приступаемъ къ спусканію хамелеоннаго раствора при помѣшиваніи стеклянной палочкой; сначала спускаемъ небольшими количествами, наконецъ по каплямъ, до тѣхъ поръ, пока жидкость еще продолжаетъ освѣтляться въ теченіе четырехъ минутъ. Если розовый оттѣнокъ не пропадаетъ въ продолженіе четырехъ минутъ, то титрованіе считается оконченнымъ.

О правильности титрованія можно судить еще по слѣдующему признаку: жидкость, спустя часъ послѣ прилитія хамелеона, все еще показываетъ нѣсколько коричневый оттѣнокъ; если она снова сдѣлается прозрачной какъ вода, это признакъ—мало спустили хамелеона и нужно продолжить титрованіе. Отсчитавъ израсходованное количество сант. хамелеона, умножимъ его на 0,01 и по найденному числу заключаемъ къ процентному содержанію.

2. Для титрованія можно воспользоваться и $\frac{1}{10}$ нормальнымъ растворомъ $KMnO_4$. Растворяютъ 10 гр. нитрита въ литрѣ прокипяченной и охлажденной воды и наполняютъ этимъ растворомъ бюретку. Послѣ этого, въ бѣ-

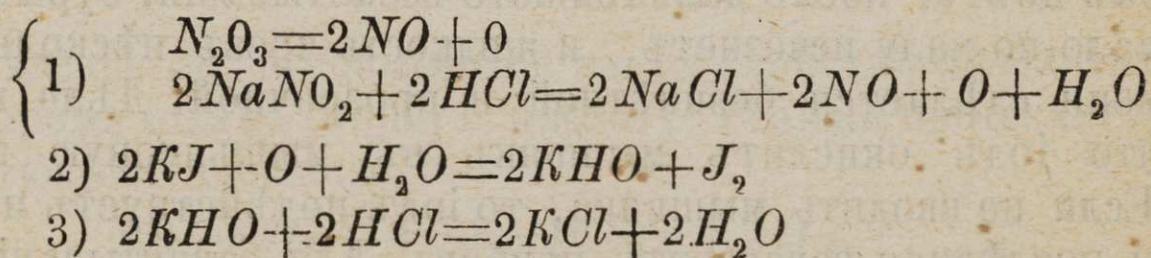
лую фарфоровую чашку (или въ стаканъ на бѣлой бума-
гѣ) спускаютъ 50 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нормального раствора $KMnO_4$, прибавляютъ сюда 20 куб. сант. десятипроцент-
ной сѣрной кислоты, нагреваютъ до 40° (такъ какъ оки-
сленіе при этой температурѣ происходитъ гораздо лучше,
чѣмъ при обыкновенной) и титруютъ одно-процентнымъ
нитритнымъ растворомъ до исчезновенія краснаго окраши-
ванія жидкости; весь нитритъ теперь считается окислив-
шимся въ азотно-натровую соль. 1 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нор-
мального раствора $KMnO_4 = 0,00345$ гр. нитрита. 50 куб.
сант. этого раствора окислятъ 0,1725 гр. $NaNO_2$; пред-
положимъ, что мы спустили 18,1 куб. сант. нитрита до по-
явленія не исчезающаго въ теченіе 5 минутъ розового
цвѣта. Раздѣлимъ 0,1725 на 18,1 и получимъ 0,00951;
итакъ, въ 1 куб.сантиметрѣ содержится 0,00951 гр. $NaNO_2$,
такъ какъ мы взяли навѣску нитрита = 10 гр. и рас-
творили ее въ литрѣ воды, то 1 куб. сант. содержитъ
0,01 гр. Отсюда вычисляемъ:

0,01 гр. содержитъ 0,00951 гр. $NaNO_2$

100 " " x ; $x = 95,1\%$.

Примѣчаніе. Если нѣтъ подъ руками $\frac{1}{10}$ нормального
 $KMnO_4$, то можно воспользоваться и $\frac{1}{2}$ нор. растворомъ:
10 куб. послѣдняго равнозначны 50 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нор-
мального $KMnO_4$, и тогда также 0,1725 раздѣливъ на
18,1 получимъ количество $NaNO_2$ въ 1 куб. саянт.; отсю-
да заключаемъ къ процентному содержанію.

В) Газъ-волюметрическій способъ, предложенный мною,
основанъ на свойствѣ азотистой кислоты дѣйствовать на
растворъ іодистаго калия съ выдѣленіемъ свободного іода.
Реакцію можно представить себѣ такъ:



Выдѣлившійся надъ ртутью объемъ окиси азота можно
отсчитать и перевести на нитритъ. Въ открытомъ сосудѣ

нельзя производить опредѣленія потому, что выдѣляющаяся окись азота тотчасъ окисляется кислородомъ воздуха, переходитъ въ N_2O_3 , а послѣдній газъ снова дѣйствуетъ на іодистый калий и въ результатѣ выдѣляется гораздо больше іода, чѣмъ вытекаетъ по теоріи, такъ что, титруя свободный іодъ $\frac{1}{10}$ сѣрноватистокислымъ натромъ, мы получимъ повышенные результаты. Но реакція протекаетъ количественно въ нитрометрѣ надъ ртутью, при чемъ выдѣляющаяся окись азота не окисляется въ безвоздушномъ пространствѣ и можетъ быть переведена изъ вспомогательнаго прибора для разложенія въ газъ-измѣрительную трубку для отчитыванія. Описаніе газъ-волюметра см. 1-й вып. Техническаго анализа. Здѣсь же я опишу самый анализъ.

На точныхъ вѣсахъ беру я навѣску нитрита $= 0,1$ гр. и растворяю ее въ 10 куб. сант. десятипроцентнаго іодида калия. Приготовленный растворъ ввожу на ртуть въ дополнительный приборъ газъ-волюметра Люнге, при чемъ вводить надо осторожно, чтобы не впустить воздуха. Далѣе приготавливаю растворъ мышьяка 1 гр. As_2O_3 и 5 гр. соды растворяю при нагрѣваніи и растворъ разбавляю до 200 куб. сант. Беру пипеткой 25 куб. сант. этого раствора, нейтрализую соляною кислотою до средней реакціи на лакмусъ; нейтрализовать надо при кипяченіи для удаленія всякихъ слѣдовъ углекислоты. Нейтральный растворъ мышьяка ввожу въ дополнительный приборъ къ раствору нитрита въ іодистомъ калии. Все это хорошо взбалтываю. Потомъ въ вороночку сосуда для разложенія наливаю 2—3 куб. сант. химически чистой концентрированной соляной кислоты и осторожно ихъ спускаю въ приборъ. Вслѣдствіе выдѣленія іода, жидкость тотчасъ окрасится въ бурый цвѣтъ; послѣ дальнѣйшаго взбалтыванія, бурый цвѣтъ мало-по-малу исчезнетъ, и жидкость чрезъ нѣсколько времени сдѣлается безцвѣтной и прозрачной. Дѣло въ томъ, что іодъ окислитъ мышьякъ въ мышьяковую кислоту. Если не вводить мышьяка, то іодъ подѣйствуетъ на ртуть, и послѣдняя загрязнитъ приборъ. Для отсчитыванія окись азота переводится изъ дополнительной трубки въ газъ-измѣрительную, гдѣ объемъ газа и отсчитывается. Такъ,

напр., при изслѣдованіи нитрита, приготовленнаго въ мастерской Костромскаго Химико технич. училища, оказалось:

Навѣска нитрита 0,1 гр.
Выдѣлилось окиси азота . . . 31 куб. сант.

Переводя объемы NO на миллиграммы, находимъ по таблицѣ Люнге, что 31 куб. сант. $NO = 41,633$ миллиграммамъ NO . На основаніи приведенныхъ мною равенствъ 1 частица NO происходитъ изъ 1 част. $NaNO_2$, т. е. 30 вѣсов. частей NO соотвѣтствуютъ 69 в. ч. $NaNO_2$; отсюда 41,633 миллигр. NO равнозначны.

$$x = \frac{23.41,633}{10} = 95,7559 \text{ mgr.}$$

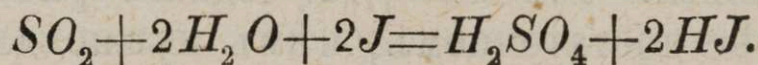
Или переходя къ процентамъ, находимъ изслѣдуемый нитритъ 95,76%.

Полученные результаты совпадаютъ вполне съ результатами анализа при помощи $\frac{1}{10}$ нормальнаго хамелеона. Способъ, предложенный мною, имѣетъ за собой и теоретическій интересъ, такъ какъ онъ уясняетъ намъ реакцію между азотистой кислотой и іодистымъ калиемъ въ количественномъ отношеніи. Описаніе этого способа помѣщено мною въ „Техническомъ сборникѣ и вѣстникѣ промышленности“ №1, за 1899 г.

Сѣрнистая кислота, соли сѣрнистой кислоты: средняя сѣрнистонатровая и кислая-бисульфитъ ($NaHSO_3$).

I. Опредѣленіе сѣрнистой кислоты въ сѣрнистыхъ растворахъ.

Опредѣленіе SO_2 основывается на ея свойствѣ окисляться растворомъ іода въ сѣрную кислоту. Реакція протекаетъ по слѣдующему равенству:



Если сѣрнистая кислота въ растворѣ находится въ свободномъ состояніи, то, по замѣчанію Бунзена, ея окис-

леніе лишь тогда протекает вполне гладко, когда растворъ этой кислоты разведенъ очень сильно, такъ чтобы содержаніе SO_2 въ немъ не составляло больше 0,04%. Но окисленіе сѣрнистой к. въ сѣрную протекаетъ вполне гладко, при всякой степени концентраціи, и не сопровождается никакими побочными реакціями, если іодометрическое измѣреніе производить въ щелочномъ растворѣ. Поэтому къ титруемой жидкости рекомендуется прибавлять кислый углекислый натръ до щелочной реакціи. Съ этой и другими подобными цѣлями можно пользоваться растворомъ 50 гр. двууглекислой соды въ литръ. По Винклеру: прежде всего опредѣляютъ уд. вѣсъ изслѣдуемаго раствора помощью ареометра и отмѣчаютъ его. Затѣмъ берутъ пипеткой 10 куб. сант. изслѣдуемаго раствора и переносятъ въ литровую колбу, въ которой находятся 25 куб. сант. кислаго углекислого натра. Разводятъ до литра прокипяченной и охлажденной дистиллированной водою и берутъ для титрованія пипеткой 10 куб. сант. разведенной жидкости ($= 0,1$ куб. сант. первоначальнаго раствора) и титруютъ $\frac{1}{100}$ нормальнымъ іоднымъ растворомъ.

Примѣръ 1. Изслѣдуемая сѣрнистая кислота имѣетъ уд. вѣсъ 1,0213. Было взято: 0,1 куб. сант. $= 0,10213$ гр. Истрачено 12,3 куб. сант. $\frac{1}{100}$ нор. іода. Въ 0,1 куб. сант. мы находимъ: $12,3 \times 0,00032 = 0,003936$ гр. SO_2 , что отвѣчаетъ 3,85%. Вѣсъ литра газообразной сѣрнистой кислоты равняется: 2,8633 гр., слѣдовательно содержащіяся въ 1 л. изслѣдуемой жидкости 39,36 гр. SO_2 соответствуютъ: $2,8633:1 = 39,36:x$; $x = 13,7$ литровъ газообразной SO_2 .

6) По другимъ авторамъ такъ поступаютъ: 10 куб. сант. раствора сѣрнистой кислоты переносятъ въ $\frac{1}{2}$ литровую колбу и доливаютъ до мѣтки только что прокипяченной и охлажденной водою. 20 куб. сант. этого раствора переливаютъ изъ пипетки въ стаканъ, въ которомъ находится отмѣренный объемъ $\frac{1}{10}N$ іоднаго раствора въ количествѣ болѣе достаточномъ, чѣмъ нужно для окисленія SO_2 и, прибавивъ немного крахмального раствора, титруютъ избытокъ іода $\frac{1}{10}$ нормальн. сѣрноватистокислымъ

натромъ до исчезновенія сянго цвѣта. Разница между числами израсходованнаго іоднаго раствора и сѣрноватистокислаго натра соотвѣтствуетъ наличной SO_2 . 1 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нор. іоднаго раствора = 0,0032 гр: SO_2 . Пусть уд. вѣсъ титруемой сѣрнистой кислоты = 1,0252. Для анализа мы брали разбавленную кислоту (20 куб. сант. на $\frac{1}{2}$ л.) = $\frac{10,20}{500} = \frac{2}{5} = 0,4$ куб. с. первоначальной жидкости или по переводѣ на вѣсъ $1,0252 \times 0,4 = 0,41008$ гр. Для титрованія сначала мы израсходовали $\frac{1}{10}$ норм. іоднаго раствора 10 куб. сант. Но для обратнаго титрованія потребовалось 3,6 куб. с. $\frac{1}{10}$ норм. сѣрноватистокислаго натра.

$$\frac{0,0032(10-3,6) \times 100}{0,41008} = 4,99\%$$

Вычислимъ содержаніе SO_2 въ объемныхъ процентахъ: $2,8633 : 1 = 51,2 : x$; $x = 18,23$ л. газообразной SO_2 .

{ Число 51,2 получилось такъ:

$$\frac{0,0032 \times (10 - 3,6)}{0,4} = \frac{0,02048}{0,4} = 0,0512$$
 для 1 куб. сант. первоначальнаго раствора, а для литра 51,2. }

II. Опредѣленіе SO_2 въ сѣрнистокальціевомъ щелоки, употребляемомъ для фабрикаціи целлюлезы.

Сѣрнистокальціевой щелоки, употребляемый для фабрикаціи целлюлезы, состоитъ изъ раствора кислаго сѣрнистокислаго кальція въ водной сѣрнистой кислотѣ. Опредѣляютъ уд. вѣсъ щелока или ареометромъ, или пикнометромъ.

Берутъ пипеткой 25 куб. сант. щелока, переносятъ въ колбу вмѣстимостью 500 куб. сант., предварительно наполненную до половины свободною отъ воздуха водою, доливаютъ до мѣтки и взбалтываютъ. Теперь опредѣляютъ:

1. *Общее содержаніе сѣрнистой кислоты.* 5 куб. сант. разведеннаго = 0,25 куб. сант. первоначальнаго раствора, по прибавленіи небольшого количества кислаго углекислаго натра и нѣсколько капель крахмального раствора, титруютъ $\frac{1}{100}$ норм. іодомъ.

Взято: 0,25 куб. сант. сѣрнистокислаго щелока уд. вѣса 1,0435. Истрачено 37,00 куб. сант. $\frac{1}{100}$ N—іода. Находимъ въ 0,25 куб. с. щелока: $37,00 \cdot 0,00032 = 0,01184$ гр. SO_2 . 1 литръ щелока содержитъ: $0,25 : 0,01184 = 1000 : x$; $x = 47,36$ гр. (Общее содержаніе SO_2). Такъ какъ 1 л. вѣситъ 1043,5 гр., то это количество составитъ 4,54%.

2. *Сѣрнистая кислота, способная къ нейтрализаціи.* Она состоитъ изъ

а) свободной SO_2 и

б) сѣрнистой кислоты, содержащейся въ кисломъ сѣрнистокисломъ кальціи.

50 куб. сант. разведеннаго = 2,5 куб. сант. первоначальнаго щелока титруютъ $\frac{1}{10}$ норм, ѣдкимъ калиемъ (или $\frac{1}{10}$ норм. ѣдкимъ натромъ), въ качествѣ индикатора употребляя феноль-фталейнъ (но не метиль-оранжъ). Вычитая только что найденное содержаніе (а) SO_2 изъ общаго содержанія послѣдней, опредѣлимъ количество кислоты, связанной въ средней соли. По количеству SO_2 , содержащейся въ послѣдней, можно судить, сколько SO_2 содержится въ кислой соли, такъ какъ кислая соль сравнительно съ средней имѣетъ двойное количество SO_2 .

Вычитая изъ общаго количества SO_2 всю сѣрнистую кислоту кислой соли, получимъ свободную сѣрнистую кислоту.

Было взято: 2,5 куб. с. сѣрнистаго щелока уд. вѣса 1,0435. Истрачено $\frac{1}{10}$ нор. гидрата калия 24,0 куб. сант. Въ 2,5 куб. сант. щелока находимъ: $24,00 \times 0,0032 = 0,0768$ гр. SO_2 1 л. щелока содержитъ:

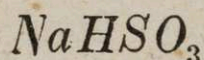
$2,5 : 0,0768 = 1000 : x$; $x = 30,72$ гр. SO_2 , способной къ нейтрализаціи, или 2,94%, такъ какъ литръ щелока вѣситъ 1043,5 гр.

Всей SO_2 оказалось	47,35 гр. или 4,54%
Способной къ нейтрализаціи SO_2 .	30,72 гр. или 2,94%
SO_2 , связанной съ известью въ средней соли.	16,64 гр. или 1,60%
Но такое же количество SO_2 , спо- собной къ нейтрализаціи, со- держится и въ кислой соли, т. е. 16,64 гр.; такимъ обра- зомъ въ кисломъ сѣрнистокис- ломъ кальціи связано. SO_2 . . .	33,28 гр. или 3,20%.

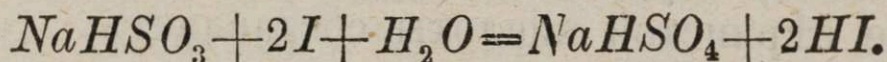
Разность $47,36 - 33,28 = 14,08$ гр. приходится на сво-
бодную SO_2 , несвязанную съ CaO .

III. Изслѣдованіе бисульфита ($NaHSO_3$).

Въ технику бисульфитомъ называется кислый сѣрнисто-
кислый натръ, составъ котораго выражается формулой.



Содержаніе сѣрнистой кислоты въ соли опредѣляютъ
титрованіемъ $\frac{1}{10}$ нормальн. іоднымъ растворомъ, при чемъ
окисленіе бисульфита происходитъ по слѣдующему равен-
ству:



Содержащуюся SO_2 мы получимъ; умноживъ число из-
расходованныхъ куб. сант. на 0,0032, такъ какъ 1 куб.
санти. $\frac{1}{10}$ норм. іода = 0,0032 гр. SO_2 .

Но бисульфитъ почти всегда содержитъ нейтральную
соль Na_2SO_3 , и послѣднюю легко опредѣлить титруя $\frac{1}{5}$
или $\frac{1}{10}$ нормальной сѣрной к. и употребляя въ качествѣ
индикатора 2—3 капли метилъ-оранжа (лучше ди-этилъ-
оранжа), такъ какъ появленіе краснаго окрашиванія при
этомъ указываетъ на избытокъ сѣрнистой к. надъ ея ко-
личествомъ, необходимымъ для превращенія Na_2SO_3 въ
 $NaHSO_3$.

а) По *Spraul*. Для опредѣленія общаго содержанія SO_2 переносятъ 4,5 куб. сант. бисульфитнаго раствора въ ранѣе взвѣшенную вѣсовую колбочку, находятъ общій вѣсъ, колбочку опоражниваютъ въ $\frac{1}{2}$ литровую колбу, споласкиваютъ, наполняютъ ее до мѣтки и для титрованія употребляютъ одну десятую часть всего содержимаго, т. е., 50 куб. сант., берутъ пипеткой и переносятъ въ стаканъ выс. 14 сант., и діам. 9 сант., наполненный приблизительно 400 куб. сант. воды и 38—36 куб. сант. іоднаго раствора ($\frac{1}{10}$ нормальнаго). Сюда же сливаютъ 50 куб. сант. приготовленнаго для титрованія бисульфитнаго щелока; іодная жидкость обезцвѣчивается; послѣ этого прибавляютъ немного крахмала и обратно титруютъ іоднымъ растворомъ до появленія синяго окрашиванія.

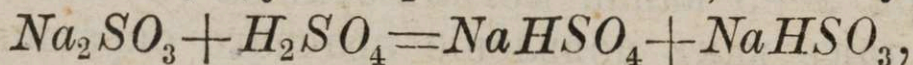
Для опредѣленія нейтральной соли берутъ 200 куб. сант. вышеприведеннаго раствора бисульфита, прибавляютъ 2—3 капли метиль—(ди-этилъ)—оранжа и быстро титруютъ $\frac{1}{5}$ нормальн. сѣрной кислотой до появленія краснаго окрашиванія.

Примѣръ: 0,61732 гр. бисульфита (такъ какъ 4,5 куб. с. вѣсятъ 6,1732 гр.) послѣ обезцвѣчиванія спущенныхъ сначала 38 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нор. іоднаго раствора, потребовали еще 2,7 куб. сант. послѣдняго до появленія синяго окрашиванія. Итакъ всего было израсходовано.

$38 + 2,7 = 40,7$ куб. сант. $\frac{1}{10}$ нормал. *J.* Отсюда общее содержаніе сѣрнистой кислоты составляетъ:

$$40,7 \times 0,0032 = 0,13024 \text{ гр. или } 21,09 \text{ проц.}$$

Для опредѣленія нейтральной соли была взята навѣска въ четыре раза больше, т. е. въ 200 куб. сант. содержалось $4 \times 0,61732$ гр. бисульфитнаго щелока, и мы израсходовали 3,45 куб. сант. $\frac{1}{5}$ нормальной сѣрной кислоты; если удвоить это количество, то получимъ $2 \times 3,45$ куб. сант. или 1,8% нейтральной соли, потому что



между тѣмъ какъ для нейтрализаціи всего количества натра въ соли потребовалась бы еще частица сѣрной кислоты.

б) По другимъ источникамъ. Если анализируютъ твердую соль, то отвѣшиваютъ самымъ точнымъ образомъ 0,5 гр.; если—бисульфитный щелокъ, то берутъ 10 куб. с. раствора, то или другое вводятъ въ 500 куб. сант. свѣже прокипяченной и охлажденной воды. Берутъ 20 куб. сант. приготовленнаго раствора и вливаютъ въ измѣренное количество $\frac{1}{10}$ нормальн. іоднаго раствора, прилитаго въ избытокъ; затѣмъ, послѣ перемѣшиванія, избытокъ оставшагося іода обратно титруютъ $\frac{1}{10}$ нормальн. растворомъ сѣрноватисто кислаго натра. (Если анализируютъ среднюю сѣрнистонатровую соль, то прибавляютъ къ раствору немного сѣрной или соляной к., чтобы слегка подкислить растворъ). Во всемъ прочемъ, поступаютъ какъ въ I, опредѣленіе сѣрнистой кислоты б) см. стр. 110 этого выпуска.

Примѣчаніе. Вслѣдствіе окисленія, бисульфитъ въ растворѣ и въ твердомъ видѣ часто содержитъ или среднюю или кислую сѣрионатровую соль. Конечно, отъ содержанія послѣднихъ солей крѣпость раствора повышается, между тѣмъ какъ дѣятельнаго вещества въ немъ будетъ меньше, чѣмъ въ неокисленномъ бисульфитѣ.

Присутствіе сѣрной кислоты легко обнаруживается качественно, если небольшое количество (10 куб. сант.) бисульфитнаго щелока разбавить водой, подкислить соляной кислотой, нагрѣть для удаленія всякихъ слѣдовъ SO_2 и осадить SO_3 хлористымъ баріемъ.

Количественно сѣрная кислота опредѣляется окисленіемъ бисульфитнаго раствора хлорной или бромной водою и осажденіемъ сѣрной кислоты кипящимъ хлористымъ баріемъ изъподкисленнаго соляною кислотой и разбавленнаго водою нагрѣтаго до кипѣнія изслѣдуемаго раствора. Опредѣливъ вѣсовымъ путемъ количество SO_3 и перечисливъ общее количество SO_2 въ SO_3 , вычитаемъ послѣднее число изъ перваго.

Разность—количество сѣрной кислоты въ растворѣ этой соли.

Примѣчаніе. Когда сѣрнистыя соли изслѣдуются ацидиметрическимъ путемъ, то употребленіе того или другого

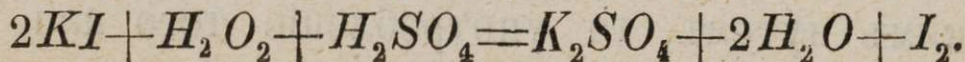
индикатора зависитъ отъ природы изслѣдуемой соли: средняя сѣрнистокислая соли титруются нормальной (или $\frac{1}{10}$ норм.) сѣрной кислотою съ употребленіемъ метиль-оранжа въ качествѣ индикатора; свободная сѣрнистая к. и бисульфитныя соли титруются нормальной ($\frac{1}{10}$ норм.) щелочью съ фенол-фталейномъ въ качествѣ индикатора. Поэтому, пользуясь указанными индикаторами, легко опредѣлить характеръ раствора—содержитъ ли онъ кислую или среднюю соль. Если растворъ бисульфитнаго щелока разбавить водою и прибавить 2 капли метиль-оранжа, то красное окрашиваніе жидкости указываетъ на избытокъ сѣрнистой кислоты надъ SO_2 , связанной въ $NaHSO_3$, и этотъ растворъ можно протитровать нормальной щелочью до нейтрализаціи (съ примѣненіемъ фенол-фталейна въ качествѣ индикатора). Напротивъ, если жидкость окрашивается метиль-оранжемъ въ желтый цвѣтъ, то въ ней содержится нормальный сульфитъ, который можно опредѣлить титрованіемъ съ помощью нормальной кислоты.

Анализъ перекиси водорода.

Перекись водорода доставляется на шелковыя, шерстяныя фабрики или въ лабораторіи въ видѣ растворовъ съ содержаніемъ 10-12 объемовъ кислорода, т. е. 1 объемъ раствора содержитъ столько перекиси водорода, что при ея возстановленіи въ воду выдѣляется около 10—12 объемовъ кислорода. Цѣнность товара зависитъ отъ количества выдѣляющагося кислорода и отъ отсутствія минеральныхъ кислотъ—соляной или сѣрной.

1. *Иодометрическій способъ опредѣленія.*

Этотъ способъ Kingzett считаетъ за самый лучшій способъ опредѣленія перекиси водорода. Въ кислотъ растворъ перекись водорода вытѣсняетъ изъ іодистаго калия эквивалентное количество іода, который и титруется $\frac{1}{10}$ нормальн. растворомъ сѣрноватистокислаго натра. Реакція происходитъ по слѣдующему равенству.



Около 10 куб. сант. изслѣдуемаго образца приливается къ 30 куб. сант. смѣси изъ равныхъ объемныхъ частей воды и сѣрной кислоты и смѣшивается съ избыткомъ іодистаго калия. Послѣ 5-ти минутнаго стоянія выдѣлившійся въ свободномъ видѣ іодъ титруется $\frac{1}{10}$ норм. сѣрноватистокислымъ натромъ съ прибавленіемъ крахмального раствора.

1 куб. сант $\frac{1}{10}$ норм. $Na_2S_2O_3 = 0,0017$ гр. $H_2O_2 = 0,0008$ гр. O .

1 гр. кислорода $= 697,5$ куб. с. при $0^\circ C$.

2. *Определение съ помощью марганцовокалиевой соли (хамелеона).*

Въ отсутствіи другихъ веществъ, возстановляющихъ хамелеонъ,—послѣдній можетъ служить прекраснымъ средствомъ для опредѣленія перекиси водорода. Отмѣренное количество изслѣдуемаго образца (напр. 1 куб. с. или 10 куб. с. разбавленнаго раствора) подкисляется сѣрною кислотой и титруется $\frac{1}{10}$ норм. $KMnO_4$ до появленія слабо-розоваго окрашиванія. 1 куб. сант. $\frac{1}{10}$ нормальн. $KMnO_4 = 0,0017$ гр. H_2O_2 .

3. *Газъ-волюметрическое определение.*

По способу Лунге, въ азотомерѣ, нитромерѣ или газъ волюмерѣ съ добавочными стеклянками (см. рис. 6, стеклянка *a*).

Въ добавочную стеклянку наливаютъ нѣсколько куб. сант. хамелеона и разбавленной сѣрной кислоты, а внутренний цилиндръ наполняютъ 10—5 куб. сант. перекиси водорода. (Хамелеонъ употребляютъ въ избыткѣ). Самое опредѣленіе ведутъ подобно опредѣленію MnO_2 въ пиро-

люзитъ или бѣлящаго (дѣятельнаго) хлора въ хлорной извести. (См. раньше 2-й выпускъ).

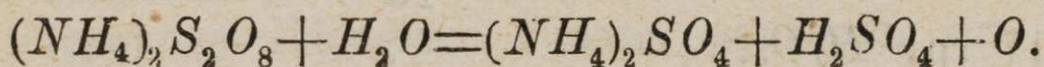
Анализъ перекиси натрія.

Перекись натрія (Na_2O_2) опредѣляется точно такъ же, какъ перекись водорода. Благодаря ея свойству сильно притягивать влагу на воздухъ, рекомендуютъ ее взвѣшивать быстро, потомъ навѣску пересыпаютъ осторожно въ большое количество разбавленной сѣрной кислоты и титруютъ $\frac{1}{10}$ норм. $KMnO_4$.

1 куб. сант. $\frac{1}{10}$ норм. $KMnO_4 = 0,0039$ гр. Na_2O_2 . Перекись натрія находитъ примѣненіе въ качествѣ бѣлящаго средства туссъ—шелка, соломы, перьевъ и т. д.

Анализъ солей надсѣрной кислоты или персульфатовъ.

Въ послѣднее время соли надсѣрной кислоты—персульфаты—находятъ примѣненіе въ качествѣ бѣлящихъ веществъ, а также для вытравокъ. Ихъ бѣлящая способность зависитъ отъ ихъ окисляющихъ свойствъ, что лучше всего обнаруживается изъ слѣдующаго равенства, по которому разлагается аммонійный персульфатъ:



Опредѣленіе дѣятельнаго кислорода по Ульцеру производится слѣдующимъ образомъ:

Около 0,3 гр. изслѣдуемаго образца смѣшиваютъ съ избыткомъ раствора двойной желѣзной соли ($FeSO_4(NH_4)_2SO_4 + 6H_2O$). Берутъ 1—1,5 гр. этой соли, растворяютъ въ водѣ, подкисляютъ разбавленной сѣрной кислотой и сливаютъ въ колбочку. Послѣ введенія персульфата кипятятъ $\frac{1}{2}$ часа въ струѣ углекислаго газа или въ колбѣ съ бунзеновскимъ вентиляемъ; затѣмъ избытокъ двойной желѣзной соли обратно титруютъ хамелеономъ.

По количеству двойной желѣзной соли, израсходованной на окисленіе, можно вычислить содержаніе дѣятельнаго кислорода въ навѣскѣ изслѣдуемой соли и перечислить его на персульфатъ, по вышеупомянутому равенству, именно для окисленія 2 частицъ двойной соли требуется 1 частица персульфата.

Въ большинствѣ случаевъ употребляется аммонійный персульфатъ.

Перекись барія (BaO_2).

Въ числѣ примѣсей это соединеніе содержитъ часто окись барія (BaO). Цѣнность перекиси барія зависитъ отъ количества BaO_2 . Содержаніе послѣдней въ продажномъ товарѣ лучше всего опредѣляется такъ: помѣщаютъ 0,3 гр. перекиси барія въ 500 куб. сант. воды и растворяютъ ее прибавленіемъ 10 куб. сант. соляной кислоты; потомъ приливаютъ 10 куб. сант. 20%-наго раствора сѣрноокислаго марганца и титруютъ $\frac{1}{5}$ норм. хамелеономъ 1 куб. сант. $\frac{1}{5}$ норм. $KMnO_4 = 0,0169$ гр. BaO_2 . Для достиженія большей точности необходимо продѣлать 3—4 титрованія и изъ нихъ вывести среднее. Хорошая техническая перекись барія должна содержать по крайней мѣрѣ 80% BaO_2 .

Употребляется для бѣленія съ послѣдующей ванной изъ соляной кислоты (лучше всего годится для туссы — шелка, нѣкоторыхъ сортовъ шерсти). При обработкѣ перекисью водорода шерсть теряетъ вообще въ эластичности, а потому иногда и употребляютъ норекись барія (5—10% перекиси барія взбалтываютъ въ водѣ, товаръ оставляютъ въ ваннѣ 1—2 часа и потомъ переводятъ въ разбавленную соляную кислоту). Перекись барія дѣйствуетъ нѣсколько поэнергичнѣе, чѣмъ готовая перекись водорода, такъ какъ послѣдняя здѣсь начинаетъ дѣйствовать *in statu nascendi*.

Анализъ поташа и ѣдкаго кали.

$$\left(\frac{K_2CO_3}{2} = 69 \text{ гр.} \right)$$

Для изслѣдованія беремъ навѣску поташа=69 гр. (точно), растворяемъ въ 1 л. воды и титруемъ нормальной соляной кислотой (см. изслѣдованіе соды).

Опредѣленіе углекислаго калия и гидрата калия титрованіемъ въ сущности не отличается отъ опредѣленія соотвѣствующихъ соединеній въ содѣ.

1 куб. сант. норм. кислоты. . .	=0,069 гр.	K_2CO_3 .
1 куб. сант. нормальной к. . .	=0,056 гр.	KOH .
1 куб. сант. " " . .	=0,047 гр.	K_2O .

Для фальсифицированія къ калиевымъ солямъ часто примѣшивается значительное количество натріевыхъ солей; поэтому опредѣлить въ поташѣ количество дѣйствительно содержащагося калия иногда бываетъ необходимо. Титруя кислотой, конечно, калий и натрій сразу опредѣляютъ, безъ всякаго различія. Лучшій способъ опредѣленія калия въ присутствіи натріевыхъ солей—осажденіе хлорной платиной, хотя для техническаго анализа этотъ способъ и хлопотливъ, и слишкомъ дорогъ.

Опредѣленіе калия съ помощью хлорной платины.

5 гр. образчика (средней пробы) растворяютъ въ 500 куб. сант. воды; если окажется нерастворимый остатокъ, то ему даютъ отстояться. Переносятъ пипеткой 25 куб. сант. прозрачнаго раствора въ фарфоровую чашку, приливаютъ чуть-чуть избытокъ соляной кислоты и для уменьшенія потери, вслѣдствіе образованія пѣны, чашку покрываютъ часовымъ стекломъ; когда углекислота перестанетъ выдѣляться, нижнюю сторону стекла изъ промывалки смываютъ въ чашку. Растворъ теперь смѣшиваютъ съ избыткомъ хлорной платины и выпариваютъ почти досуха на водяной банѣ, при чемъ выпаренный растворъ долженъ

оставаться окрашеннымъ въ интенсивно-желтый цвѣтъ; если же онъ совершенно или почти безцвѣтенъ, то рекомендуютъ прибавить еще хлорной платины. По охлажденіи чашки (содержимое чашки должно быть еще влажнымъ), прибавляютъ смѣсь спирта и эфира для растворенія излишка хлорной платины и натріевыхъ солей; по прошествіи 10—15 минутъ, жидкость сливаютъ чрезъ небольшой фильтръ и обработку спиртомъ и эфиромъ повторяютъ 4—5 разъ, пока жидкость не только сдѣлается безцвѣтной, но даже при испареніи на часовомъ стеклышкѣ перестанетъ оставлять какое либо пятно. Оставшіяся въ чашкѣ соли переносятся теперь въ небольшую взвѣшенную платиновую или фарфоровую чашку, собранныя на фильтрѣ соли осторожно смываются горячей водою изъ промывалки въ ту же чашку; жидкость испаряется и остатокъ высушивается въ паровой сушилкѣ при 100° , а затѣмъ взвѣшивается. 485,8 ч. осадка K_2PtCl_6 равнозначны 138 ч. K_2CO_3 или 94 ч. K_2O .

Если изслѣдуемый поташъ содержитъ сѣрнокислыя соли въ количествѣ большемъ, чѣмъ ихъ слѣды, то сѣрную кислоту предварительно осаждаютъ изъ подкисленнаго соляною кислотой и нагрѣтаго раствора кипящимъ растворомъ хлористаго барія; въ противномъ случаѣ хлороплатинатъ калия будетъ содержать постороннія примѣси, вліяющія на точность анализа. Впрочемъ, можно работать и безъ особой точности, если взять избытокъ соляной кислоты и во время выпариванія, еще до прибавленія спирта и эфира, оставить въ чашкѣ около $\frac{1}{2}$ куб. сант. жидкости. Въ продолженіе самаго изслѣдованія рекомендуютъ держаться подальше отъ амміачныхъ паровъ, такъ какъ хлористый аммоній съ хлорной платиной образуетъ двойную соль, нерастворимую подобно хлороплатинату калия въ смѣси спирта и эфира.

Опредѣленіе кали при помощи винной кислоты.

2 гр. образчика (средней пробы) растворяютъ въ 5 куб. сант. воды, смываютъ растворъ 20 куб. сантиметрами во-

ды въ небольшую колбочку и насыщаютъ винною кислотою. Прибавляютъ 50 куб. сант. насыщеннаго раствора кислаго виннокислаго натра и въ теченіе часа тщательно перемѣшиваютъ. Выдѣлившійся осадокъ (кислый виннокислый калий) собирается на небольшомъ фильтрѣ и промывается насыщеннымъ на холоду растворомъ кислаго виннокислаго калия. Фильтръ и содержимое переносятъ въ колбу, приливаютъ горячей воды и титруютъ растворъ нормальнымъ ѣдкимъ натромъ съ прибавленіемъ фенолфталейна въ качествѣ индикатора. 1 куб. сант. нормальнаго ѣдкаго натра $= 0,069$ гр. K_2CO_3 или $0,056$ гр. KOH .

Непрямое опредѣленіе кали и натрія.

$\frac{1}{2}$ —1 гр. образчика растворяютъ въ водѣ съ прибавленіемъ соляной кислоты до небольшого избытка. Если есть сульфаты, то растворъ нагреваютъ почти до кипѣнія и осаждаютъ кипящимъ хлористымъ баріемъ; сернокислый барій отфильтровывается и избытокъ барія осаждается углекислымъ аммоніемъ и амміакомъ; фильтратъ отъ осажденнаго углекислаго барія выпаривается въ платиновой чашкѣ досуха и остатокъ прокаливается для удаленія всякихъ слѣдовъ амміачныхъ соединений; послѣ охлажденія онъ растворяется въ горячей водѣ и отфильтровывается отъ нерастворимыхъ частей. Прозрачный фильтратъ съ промывными водами, по прибавленіи нѣсколько куб. сант. соляной кислоты, выпаривается досуха во взвѣшанной платиновой чашкѣ, и остатокъ высушивается въ воздушной ваннѣ при 180° , охлаждается и взвѣшивается. Такимъ образомъ опредѣляется общее количество наличныхъ калия и натрія въ видѣ ихъ хлористыхъ соединений. Опредѣливъ количество связаннаго въ нихъ хлора, можно вычислить калий и натръ по отдѣльности.

Остатокъ, находящійся въ платиновой чашкѣ, растворяется въ дистиллированной водѣ, доливается до 500 куб. сант. и 50 куб. с., взятыхъ пипеткой, титруется $\frac{1}{10}$ норм. серебрянымъ растворомъ, какъ это дѣлается при изслѣдованіи соды. Каждый куб. сант. $\frac{1}{10}$ норм. серебрянаго

раствора = 0,0035 гр. *Cl*. Количество калия определяется, если умножить разность суммы хлористых соединений и хлора на 1,54, отнять хлоръ и раздѣлить на 0,63.

Что касается до посторонних примѣсей въ поташѣ, то количественное ихъ опредѣленіе ничѣмъ не отличается отъ такого же опредѣленія въ содѣ. См. 2-ой выпускъ.

Анализъ хлористаго калия и каинита будетъ подробно изложенъ въ главѣ „Удобренія“, 4-й вып. Техническаго анализа.

Анализъ хромистаго желѣзняка.

Хромистый желѣзнякъ въ технику является исходнымъ матеріаломъ добываемыхъ заводски двуххромовокалиевой и двуххромовонатріевой солей. Составъ хромистаго желѣзняка $FeO \cdot Cr_2O_3$.

Изслѣдуемая руда (средній образчикъ) должна быть измельчена и превращена въ мельчайшій порошокъ, такъ чтобы получилась едва осязаемая пыль. Пропускаютъ чрезъ очень тонкое шелковое сито, потомъ истираютъ въ агатовой ступкѣ, заботясь о томъ, чтобы части, оставшіяся на ситѣ, снова истереть въ ступкѣ, просѣять и присоединить къ первой части.

а. Опредѣленіе хрома въсовымъ путемъ.

Для растворенія хромистаго желѣзняка, прежде всего готовятъ *плавень Дитмара*, сплавляя двѣ части обезвоженной буры и 3 ч. смѣси эквивалентныхъ количествъ соды и поташа; этотъ плавъ въ жидкомъ видѣ выливаютъ на желѣзную пластинку, превращаютъ послѣ отвердѣванія въ крупнозернистый порошокъ и сохраняютъ въ стеклянкѣ (баночкѣ) съ хорошо притертой пробкой, потому что онъ немного гигроскопиченъ.

Для опредѣленія отвѣшиваютъ 0,5—1 гр. измельченной и подготовленной для анализа руды.

Въ платиновую чашку съ круглымъ дномъ, 50 милим. діам. и 12 миллиметровъ глубины, или проще въ глубокую

крышку большого платинового тигля, насыпают плавень Дитмара въ количествѣ 5 — 6 разъ большею по вѣсу анализируемой руды, нагрѣваютъ до плавленія, охлаждають, затѣмъ на застывшую поверхность помѣщаютъ (пересыпаютъ) навѣску руды въ порошокъ, распредѣляя ее по всей поверхности ровнымъ слоемъ. Потомъ все нагрѣваютъ до плавленія и время отъ времени перемѣшиваютъ массу платиновой проволокой. По прошествіи 40 мин., сплавленіе считается оконченнымъ; горѣлку или лампу удаляютъ изъ-подъ тигля и продолжаютъ помѣшивать платиновой проволокой. Захвативъ маленькій шарикъ сплава на конецъ проволоки, тщательно изслѣдуютъ его, не содержитъ ли онъ черныхъ точекъ; реакція сплавленія считается оконченной, если послѣднихъ болѣе не замѣчаютъ. Сплавъ обрабатывается водою, растворъ фильтруется и выпаривается; остатокъ долженъ вполнѣ раствориться въ соляной кислотѣ.

Во время выпариванія фильтрата, въ него бросаютъ небольшими порціями азотнокислый аммоній и продолжаютъ такъ, пока не перестанетъ выдѣляться амміакъ. Это дѣлается съ цѣлью перевести марганецъ и алюминій въ нерастворимое соединеніе, фильтруютъ, потомъ выпариваютъ и когда все выпарится досуха, смачиваютъ осадокъ азотной кислотой и снова выпариваютъ досуха для того, чтобы перевести всю кремнекислоту въ нерастворимое соединеніе (т. е. выдѣлить въ видѣ SiO_2). Потомъ смѣсь растворяется въ водѣ, подкисленной небольшимъ количествомъ азотной к., и фильтруется.

Растворъ, содержащій только хромовокислыя и азотнокислыя щелочныя соли, подкисляютъ соляной кислотой, прибавляютъ сѣрнистой кислоты или сѣрнистокислаго аммонія для возстановленія хромовой кислоты и кипятятъ для удаленія избытка SO_2 . Возстановленный растворъ нейтрализуютъ амміакомъ, потомъ прибавляютъ немного сѣрнистаго аммонія и нагрѣваютъ до кипѣнія. Тогда образуется осадокъ Cr_2O_3 , который промываютъ, потомъ снова растворяютъ на фильтрѣ въ небольшомъ количествѣ соляной к. и снова осаждаютъ амміакомъ. Послѣ этого,

остается только собрать осадокъ на фильтрѣ, высушить, прокалить и взвѣсить.

Вмѣсто плавня Дитмара, въ послѣднее время для окисленія и сплавленія рекомендуютъ *перекись натрія* въ количествѣ 6 гр. на 1 гр. измельченнаго въ порошокъ хромистаго желѣзняка (конечно, средняя проба). Нагрѣваніе ведутъ въ платиновомъ тиглѣ до темнокраснаго каленія, при постоянномъ помѣшиваніи; потомъ массу сплавляютъ въ продолженіе 10 минутъ, охлаждаютъ и прибавляютъ еще 2 гр. перекиси натрія и 1 гр. углекислаго натра. Снова нагрѣваютъ, перемѣшивая самымъ тщательнымъ образомъ, и горячій неостывшій тигель опускаютъ въ воду, налитую въ большую фарфоровую чашку; тщательно смываютъ тигель и кипятятъ въ продолженіе 10 минутъ. Растворъ отфильтровывается отъ нерастворимаго осадка, послѣдній промывается и изслѣдуется отдѣльно отъ фильтрата. Изслѣдованіе фильтрата см. раньше.

Что касается до осадка на фильтрѣ, то онъ содержитъ: желѣзо и марганецъ въ видѣ окисей, известъ и магнезію въ видѣ углекислыхъ солей. Случайно можетъ попасть и немного кремнекислоты и окиси алюминія.

Анализъ остатка. Послѣдній растворяется на фильтрѣ; для этого фильтръ протыкаютъ и остатокъ обрабатываютъ, возможно малымъ количествомъ соляной кислоты (разбавленной); растворъ собираютъ въ фарфоровую чашку. Потомъ прибавляютъ 30 куб. сант. крѣпкой соляной к. и выпариваютъ до суха, чтобы сдѣлать кремнекислоту нерастворимой; ее собираютъ, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ.

Въ фильтратѣ опредѣляютъ желѣзо, марганецъ, окись кальція и магнія по способамъ, которые мною будутъ описаны въ анализѣ желѣзныхъ рудъ (5 вып.) или въ анализѣ силикатовъ (4 вып.).

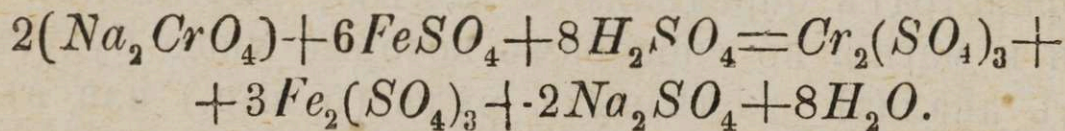
В. Опредѣленіе хрома одъемнымъ путемъ.

Въ фарфоровомъ тиглѣ подходящихъ размѣровъ самымъ тщательнымъ образомъ смѣшиваютъ 0,5 гр. руды въ видѣ тончайшаго порошка съ 3 гр. чистой, превращенной въ

порошокъ натронной извести (даже лучше перекиси натрия). Тигель закрывается крышкой и нагревается въ продолженіе часа при температурѣ свѣтлокраснаго каленія, лучше нагреваніе производить въ муфелѣ. По прошествіи этого времени, вся окись хрома превратится въ хромовую кислоту дѣйствіемъ кислорода воздуха (нагреваютъ такъ, чтобы масса не сплавлялась).

Примѣчаніе: когда окисляютъ перекисью натрия, то поступаютъ по вышесказанному (см. α).

Прокаленную массу выбиваютъ изъ тигля, измельчаютъ и выщелачиваютъ, для чего кипятятъ съ водою и избыткомъ сѣрной кислоты. Для опредѣленія хромовой кислоты, въ полученный растворъ вводятъ опредѣленное количество желѣзнаго купороса или двойной соли сѣрноокислаго желѣза—аммонія, такъ чтобы послѣ возстановленія всей хромовой кислоты былъ избытокъ желѣзной закисной соли. (См. анализъ бертолетовой соли и хлорноватокальціевыхъ щелоковъ). Когда возстановленіе будетъ закончено, то достаточно протитровать избытокъ желѣзной соли марганцовокаліевымъ растворомъ. Для титрованія разбавляютъ жидкость до такой концентраціи, чтобы зеленый цвѣтъ не помѣшалъ наступленію цвѣтовой реакціи. Изъ разности между числомъ куб. сант. хамелеона, которое спускаютъ изъ бюретки для окисленія всего количества желѣзной соли, и числомъ куб. сант. того же раствора $KMnO_4$, смущенныхъ для титрованія остатка закиси желѣза судятъ о количествѣ окисленнаго хромовой кислотой $FeSO_4$. Реакція идетъ по слѣдующему равенству:



Отсюда вытекаетъ, что $2Cr=105$ соотвѣтствуютъ $6Fe=336$, такимъ образомъ 1 гр. окисленнаго желѣза эквивалентенъ 0,3125 гр. хрома.

Вмѣсто раствора марганцовокаліевой соли, рекомендуется титровать избытокъ желѣзной соли растворомъ двухромовокаліевой соли (проба на каплю красной кровяной соли, чтобы опредѣлить конецъ реакціи).

Если для анализа берутъ перекись натрія и въ анализируемой рудѣ опредѣляютъ, кромѣ хрома, окись желѣза, алюминія и т. д., то рекомендуется сдѣлать предварительную пробу на содержаніе въ перекиси натрія упомянутыхъ состав. частей. Вотъ примѣръ анализа хромистаго желѣзняка (по Gouvy).

Cr_2O_3	.	.	.	.	.	.	38,65	(Cr=26,91)
FeO	.	.	.	.	.	.	16,13	(Fe=12,58)
SiO_2	.	.	.	.	.	.	8,00	
Al_2O_3	.	.	.	.	.	.	18,50	
CaO	.	.	.	.	.	.	2,20	
MgO	.	.	.	.	.	.	17,20	
							99,98	

Анализъ хромпика ($K_2Cr_2O_4$) и двухромовонатровой соли см. дальше X выпускъ „Соли, протравы и прочія вещества, относящіяся къ крашенію и ситцепечатанію“.

Общее количество хромовой кислоты опредѣляется объемнымъ путемъ подобно только что описанному опредѣленію:

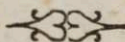
5,0 гр. средняго образчика растворяютъ въ 1 л. воды и наполняютъ этимъ растворомъ бюретку. (Если анализируется двухромовонатріевая соль, то берутъ 25 гр., растворяютъ въ 500 куб. сант. воды и 100 куб. сант. раствора = 5 гр. первоначальной навѣски доводятъ до литра). Потомъ отвѣшивается 1 гр. чистаго гранулированнаго сѣрноокислаго желѣза—аммонія (двойной соли), растворяютъ въ фарфоровой чашкѣ въ небольшомъ количествѣ воды и подкисляютъ 50 куб. сант. 10 процент. сѣрной кислоты. Потомъ при постоянномъ помѣшиваніи приливаютъ изъ бюретки растворъ хромпика, приливаніе продолжаютъ до тѣхъ поръ, пока капля смѣси съ растворомъ красной кровяной соли перестанетъ давать синее или зеленовато-синее окрашиваніе. 1 гр. Моровской соли ($FeSO_4(NH_4)_2SO_4 + 6H_2O$) возстановляетъ 0,0853 гр.

CrO_3 ; такимъ образомъ спущенное количество раствора хромовой соли равнозначно 0,0853 гр. CrO_3 .

Примѣръ: 5 гр. $K_2Cr_2O_7$: 1000 куб. сант.; 1 гр. Морковской соли требуетъ 25,2 куб. сант. этого раствора; $25,2:0,0853 = 1000:x$; $x = 3,385$ гр. CrO_3 ; $5:3,385 = 100:x$; $x = 67,70\%$ CrO_3 .

Между тѣмъ какъ химически чистая двухромовокалиевая соль содержитъ 68% CrO_3 ; а двухромовонатріевая ($Na_2Cr_2O_7 + 2H_2O$) содержитъ $67,19\%$ CrO_3 .

Этимъ я и кончу анализъ соединений хромовой кислоты.



Приложеніе изъ таблицъ.

Т А Б Л И Ц А I.

Удѣлн. вѣса чистой соляной к. при 15° Ц., приведен. къ пустотѣ.

(Lunge und Marchlewski).

Эта таблица относится только къ химич. чистой кислотѣ, но не къ продажной.

Удѣл. вѣса при 40° (безводн. пр.) Volum-Gew. bei 15° (diff. R.)	Град. Бомер. Grad. Baume.	Денсиметр. Град.	100 в. частей соотвѣствуютъ при химич. чист. кислотѣ.						1 литръ содержитъ килограммовъ кислоты.					
			Процентамъ.						1 Liter enthält Kilogramm.					
			Чист. HCL.	18 гр. к.	19 гр. кисл.	20 гр. кисл.	21 гр. кисл.	22 гр. кисл.	Чист. H Cl	18° Б.	19° Б.	20° Б.	21° Б.	22° Б.
1.000	0.0	0	0.16	0.57	0.53	0.49	0.47	0.45	0.0016	0.0057	0.0053	0.0049	0.0047	0.0045
1.005	0.7	0.5	1.15	4.08	3.84	3.58	3.42	3.25	0.012	0.041	0.039	0.036	0.034	0.033
1.010	1.4	1	2.14	7.60	7.14	6.66	6.36	6.04	0.022	0.077	0.072	0.067	0.064	0.061
1.015	2.1	1.5	3.12	11.08	10.41	9.71	9.27	8.81	0.032	0.113	0.106	0.099	0.094	0.089
1.020	2.7	2	4.13	14.67	13.79	12.86	12.27	11.67	0.042	0.150	0.141	0.131	0.125	0.119
1.025	3.4	2.5	5.15	18.30	17.19	16.04	15.30	14.55	0.053	0.188	0.176	0.164	0.157	0.149
1.030	4.1	3	6.15	21.85	20.53	19.16	18.27	17.38	0.064	0.225	0.212	0.197	0.188	0.179
1.035	4.7	3.5	7.15	25.40	23.87	22.27	21.25	20.20	0.074	0.263	0.247	0.231	0.220	0.209
1.040	5.4	4	8.16	28.99	27.24	25.42	24.25	23.06	0.085	0.302	0.283	0.264	0.252	0.240
1.045	6.0	4.5	9.16	32.55	30.58	28.53	27.22	25.88	0.096	0.340	0.320	0.298	0.284	0.270
1.050	6.7	5	10.17	36.14	33.95	31.68	30.22	28.74	0.107	0.380	0.357	0.333	0.317	0.302
1.055	7.4	5.5	11.18	39.73	37.33	34.82	33.22	31.59	0.118	0.419	0.394	0.367	0.351	0.333
1.060	8.0	6	12.19	43.32	40.70	37.97	36.23	34.44	0.129	0.459	0.431	0.403	0.384	0.365
1.065	8.7	6.5	13.19	46.87	44.04	41.09	39.20	37.27	0.141	0.499	0.469	0.438	0.418	0.397

1.070	9.4	7	14.17	50.35	47.31	44.14	42.11	40.04	0.152	0.539	0.506	0.472	0.451	0.428
1.075	10.0	7.5	15.16	53.87	50.62	47.22	45.05	42.84	0.163	0.579	0.544	0.508	0.484	0.460
1.080	10.6	8	16.15	57.39	53.92	50.31	47.99	45.63	0.174	0.620	0.582	0.543	0.518	0.493
1.085	11.2	8.5	17.13	60.87	57.19	53.36	50.90	48.40	0.186	0.660	0.621	0.579	0.552	0.523
1.090	11.9	9	18.11	64.35	60.47	56.41	53.82	51.17	0.197	0.701	0.659	0.615	0.587	0.558
1.095	12.4	9.5	19.06	67.73	63.64	59.37	56.64	53.86	0.209	0.742	0.697	0.650	0.620	0.590
1.100	13.0	10	20.01	71.11	66.81	62.33	59.46	56.54	0.220	0.782	0.735	0.686	0.654	0.622
1.105	13.6	10.5	20.97	74.52	70.01	65.32	62.32	59.26	0.232	0.823	0.774	0.722	0.689	0.655
1.110	14.2	11	21.92	77.89	73.19	68.28	65.14	61.94	0.243	0.865	0.812	0.758	0.723	0.687
1.115	14.9	11.5	22.86	81.23	76.32	71.21	67.93	64.60	0.255	0.906	0.851	0.794	0.757	0.719
1.120	15.4	12	23.82	84.64	79.53	74.20	70.79	67.31	0.267	0.948	0.891	0.831	0.793	0.754
1.125	16.0	12.5	24.78	88.06	82.74	77.19	73.64	70.02	0.278	0.991	0.931	0.868	0.828	0.788
1.130	16.5	13	25.75	91.50	85.97	80.21	76.52	72.76	0.291	1.034	0.972	0.906	0.865	0.822
1.135	17.1	13.5	26.70	94.88	89.15	83.18	79.34	75.45	0.303	1.077	1.011	0.944	0.901	0.856
1.140	17.7	14	27.66	98.29	92.35	86.17	82.20	78.16	0.315	1.121	1.053	0.982	0.937	0.891
1.1425	18.0		28.14	100.00	93.95	87.66	83.62	79.51	0.322	1.143	1.073	1.002	0.955	0.908
1.145	18.3	14.5	28.61	101.67	95.52	89.13	85.02	80.84	0.328	1.164	1.094	1.021	0.973	0.926
1.150	18.8	15	29.57	105.08	98.73	92.11	87.87	83.55	0.340	1.208	1.135	1.059	1.011	0.961
1.152	19.0		29.95	106.43	100.00	93.30	89.01	84.63	0.345	1.226	1.152	1.075	1.025	0.975
1.155	19.3	15.5	30.55	108.58	102.00	95.17	90.79	86.32	0.353	1.254	1.178	1.099	1.049	0.997
1.160	19.8	16	31.52	112.01	105.24	98.19	93.67	89.07	0.366	1.299	1.221	1.139	1.087	1.033
1.163	20.0		32.10	114.07	107.17	100.00	95.39	90.70	0.373	1.326	1.246	1.163	1.109	1.054
1.165	20.3	16.5	32.49	115.46	108.48	101.21	96.55	91.81	0.379	1.345	1.264	1.179	1.125	1.070
1.170	20.9	17	33.46	118.91	111.71	104.24	99.43	94.55	0.392	1.391	1.307	1.220	1.163	1.106
1.171	21.0		33.65	119.58	112.35	104.82	100.00	95.09	0.394	1.400	1.316	1.227	1.171	1.113
1.175	21.4	17.5	34.42	122.32	114.92	107.22	102.28	97.26	0.404	1.437	1.350	1.260	1.202	1.143
1.180	22.0	18	35.39	125.76	118.16	110.24	105.17	100.00	0.418	1.484	1.394	1.301	1.241	1.180
1.185	22.5	18.5	36.31	129.03	121.23	113.11	107.90	102.60	0.430	1.529	1.437	1.340	1.279	1.216
1.190	23.0	19	37.23	132.30	124.30	115.98	110.63	105.20	0.443	1.574	1.479	1.380	1.317	1.252
1.195	23.5	19.5	38.16	135.61	127.41	118.87	113.40	107.83	0.456	1.621	1.523	1.421	1.355	1.289
1.200	24.0	20	39.11	138.98	130.58	121.84	116.22	110.51	0.469	1.667	1.567	1.462	1.395	1.326

Т А Б Л И

(Для сравниванія нѣмецкихъ, англійскихъ и

Гей-Люссак. град. проц. Na ₂ O.	Нѣмецк. градусы проц. Na ₂ CO ₃	Англійскіе градусы.	Француз. (декарузил.) градусы.	Проценты NaOH.	Гей-Люссак. град. проц. Na ₂ O.	Нѣмецк. градусы проц. Na ₂ CO ₃	Англійскіе градусы.	Француз. (декарузил.) градусы.	Проценты NaOH.
0.5	0.85	0.51	0.79	0.65	20	34.20	20.26	31.61	25.80
1	1.71	1.01	1.58	1.29	20.5	35.05	20.77	32.40	26.45
1.5	2.56	1.52	2.37	1.94	21	35.91	21.27	33.19	27.09
2	3.42	2.03	3.16	2.58	21.5	36.76	21.78	33.98	27.74
2.5	4.27	2.54	3.95	3.23	22	37.62	22.29	34.77	28.38
3	5.13	3.04	4.74	3.87	22.5	38.47	22.80	35.56	29.03
3.5	5.98	3.55	5.53	4.52	23	39.33	23.30	36.35	29.67
4	6.84	4.05	6.32	5.16	23.5	40.18	23.81	37.14	30.32
4.5	7.69	4.56	7.11	5.81	24	41.04	24.31	37.93	30.96
5	8.55	5.06	7.90	6.45	24.5	41.89	24.82	38.72	31.61
5.5	9.40	5.57	8.69	7.10	25	42.75	25.32	39.51	32.25
6	10.26	6.08	9.48	7.74	25.5	43.60	25.83	40.30	32.90
6.5	11.11	6.59	10.27	8.39	26	44.46	26.34	41.09	33.54
7	11.97	7.09	11.06	9.03	26.5	45.31	26.85	41.88	34.19
7.5	12.82	7.60	11.85	9.68	27	46.17	27.35	42.67	34.83
8	13.68	8.10	12.64	10.32	27.5	47.02	27.86	43.46	35.48
8.5	14.53	8.61	13.43	10.97	28	47.88	28.36	44.25	36.12
9	15.39	9.12	14.22	11.61	28.5	48.73	28.87	45.04	36.77
9.5	16.24	9.63	15.01	12.26	29	49.59	29.38	45.83	37.41
10	17.10	10.13	15.81	12.99	29.5	50.44	29.89	46.62	38.06
10.5	17.95	10.64	16.60	13.55	30	51.29	30.39	47.42	38.70
11	18.18	11.14	17.39	14.19	30.5	52.14	30.90	48.21	39.35
11.5	19.66	11.65	18.18	14.84	31	53.00	31.41	49.00	40.00
12	20.52	12.17	18.97	15.48	31.5	53.85	31.91	49.79	40.65
12.5	21.37	12.68	19.76	16.13	32	54.71	32.42	50.88	41.29
13	22.23	13.17	20.55	16.77	32.5	55.56	32.92	51.37	41.94
13.5	23.08	13.68	21.34	17.32	33	56.42	33.43	52.16	42.58
14	23.94	14.18	22.13	18.06	33.5	57.27	33.94	52.95	43.23
14.5	24.79	14.69	22.92	18.71	34	58.13	34.44	53.74	43.87
15	25.65	15.19	23.71	19.35	34.5	58.98	34.95	54.53	44.52
15.5	26.50	15.70	24.50	20.00	35	59.84	35.46	55.32	45.16
16	27.36	16.21	25.29	20.64	35.5	60.69	35.96	56.11	45.81
16.5	28.21	16.73	26.08	21.29	36	61.55	36.47	56.90	46.45
17	29.07	17.22	26.87	21.93	36.5	62.40	36.98	57.69	47.10
17.5	29.92	17.73	27.66	22.58	37	63.26	37.48	58.48	47.74
18	30.78	18.23	28.45	23.22	37.5	64.11	37.98	59.27	48.39
18.5	31.63	18.74	29.24	23.87	38	64.97	38.50	60.06	49.03

Ц А III.

французскихъ продажныхъ градусовъ соды).

Гей-Люссак. град. проц. Na ₂ O.	Нѣмецк. градусы проц. Na ₂ CO ₃	Англійскіе градусы.	Француз. (декарузил.) градусы.	Проценты NaOH.	Гей-Люссак. град. проц. Na ₂ O.	Нѣмецк. градусы проц. Na ₂ CO ₃	Англійскіе градусы.	Француз. (декарузил.) градусы.	Проценты NaOH.
39.5	67.53	40.02	62.43	50.97	59	100.87	59.77	93.26	76.12
40	68.39	40.52	63.22	51.60	59.5	101.73	60.28	94.05	76.77
40.5	69.24	41.03	64.01	52.25	60	102.58	60.79	94.84	77.40
41	70.10	41.54	64.81	52.90	60.5	103.44	61.30	95.63	78.05
41.5	70.95	42.04	65.60	53.55	61	104.30	61.80	96.42	78.70
42	71.81	42.55	66.39	54.19	61.5	105.15	62.31	97.21	79.35
42.5	72.66	43.06	67.18	54.84	62	106.01	62.82	98.00	80.00
43	73.52	43.57	67.97	55.48	62.5	106.86	63.32	98.79	80.65
43.5	74.37	44.07	68.76	56.13	63	107.72	63.83	99.58	81.29
44	75.23	44.58	69.55	56.77	63.5	108.57	64.33	100.37	81.94
44.5	76.08	45.08	70.34	57.32	64	109.43	64.84	111.16	82.58
45	76.94	45.59	71.13	58.06	64.5	110.28	65.35	101.95	83.23
45.5	77.80	46.10	71.92	58.71	65	111.14	65.85	102.74	83.87
46	78.66	46.60	72.71	59.35	65.5	111.99	66.36	103.53	84.52
46.5	79.51	47.11	73.50	60.00	66	112.85	66.87	104.32	85.16
47	80.37	47.62	74.29	60.64	66.5	113.70	67.37	105.11	85.81
47.5	81.22	48.12	75.08	61.29	67	114.56	67.88	105.90	86.45
48	82.07	48.63	75.87	61.93	67.5	115.41	68.39	106.69	87.10
48.5	82.93	49.14	76.66	62.58	68	116.27	68.89	107.48	87.74
49	83.78	49.64	77.45	63.22	68.5	117.12	69.40	108.27	88.39
49.5	84.64	50.15	78.24	63.87	69	117.98	69.91	109.06	89.03
50	85.48	50.66	79.03	64.50	69.5	118.83	70.41	109.85	89.67
50.5	86.34	51.16	79.82	65.15	70	119.69	70.92	110.64	90.30
51	87.19	51.67	80.61	65.80	70.5	120.53	71.43	111.43	90.95
51.5	88.05	52.18	81.40	66.45	71	121.39	71.93	112.23	91.60
52	88.90	52.68	82.19	67.09	71.5	122.24	72.44	113.02	92.25
52.5	89.76	53.19	82.98	67.74	72	123.10	72.95	113.81	92.90
53	90.61	53.70	83.77	68.38	72.5	123.95	73.45	114.60	93.55
53.5	91.47	54.20	84.56	69.03	73	124.81	73.96	115.39	94.19
54	92.32	54.71	85.35	69.67	73.5	125.66	74.47	116.18	94.84
54.5	93.18	55.22	86.14	70.32	74	126.52	74.97	116.97	95.48
55	94.03	55.72	86.93	70.96	74.5	127.37	75.48	117.76	96.13
55.5	94.89	56.23	87.72	71.61	75	128.23	75.99	118.55	96.77
56	95.76	56.74	88.52	72.25	75.5	129.08	76.49	119.34	97.32
56.5	96.60	57.24	89.31	72.90	76	129.94	77.00	120.13	98.06
57	97.45	57.75	90.10	73.54	76.5	130.79	77.51	120.92	98.71
57.5	98.31	58.26	90.89	74.19	77	131.65	78.01	121.71	99.35
58	99.16	58.76	91.68	74.83	77.5	132.50	78.52	122.50	100.00
58.5	100.02	59.27	92.47	75.48					

Т А Б Л И

Содержаніе ѣдкихъ натров. щело

Удѣльн. вѣсъ.	Боме.	Денси- метръ.	Проц. Na ₂ O.	Проц. NaOH.	1 куб. м. содер. килогр.	
					Na ₂ O.	NaOH.
1.007	1	0.7	0.47	0.61	4	6
1.014	2	1.4	0.93	1.20	9	12
1.022	3	2.2	1.55	2.00	16	21
1.029	4	2.9	2.10	2.71	22	28
1.036	5	3.6	2.60	3.35	27	35
1.045	6	4.5	3.10	4.00	32	42
1.052	7	5.2	3.60	4.64	38	49
1.060	8	6.0	4.10	5.29	43	56
1.067	9	6.7	4.55	5.87	49	63
1.075	10	7.5	5.08	6.55	55	70
1.083	11	8.3	5.67	7.31	61	79
1.091	12	9.1	6.20	8.00	68	87
1.100	13	10.0	6.73	8.68	74	95
1.108	14	10.8	7.30	9.42	81	104
1.116	15	11.6	7.80	10.06	87	112
1.125	16	12.5	8.50	10.97	96	123
1.134	17	13.4	9.18	11.84	104	134
1.142	18	14.2	9.80	12.64	112	141
1.152	19	15.2	10.50	13.55	121	156
1.162	20	16.2	11.14	14.37	129	167
1.171	21	17.2	11.73	15.13	137	177
1.180	22	18.0	12.33	15.91	146	188
1.190	23	19.0	13.00	16.77	155	200
1.200	24	20.0	13.70	17.67	164	212
1.210	25	21.0	14.40	18.58	174	225

Ц А IV.

ковъ по удѣльн. вѣсу при 15°.

Удѣльн. вѣсъ.	Боме.	Денси- метръ.	Проц Na ₂ O.	Проц NaOH.	1 куб. м. содер. килогр.	
					Na ₂ O.	NaOH.
1.220	26	22.0	15.18	19.58	185	239
1.231	27	23.1	15.96	20.59	196	253
1.241	28	24.1	16.76	21.42	208	266
1.252	29	25.2	17.55	22.64	220	282
1.263	30	26.3	18.35	23.67	232	299
1.274	31	27.4	19.23	24.81	245	316
1.285	32	28.5	20.00	25.80	257	332
1.297	33	29.7	20.80	26.83	270	348
1.308	34	30.8	21.55	27.80	282	364
1.320	35	32.0	22.35	28.83	295	381
1.332	36	33.2	23.20	29.93	309	399
1.345	37	34.5	24.20	31.22	326	420
1.357	38	35.7	25.17	32.47	342	441
1.370	39	37.0	26.12	33.69	359	462
1.383	40	38.3	27.10	34.96	375	483
1.397	41	39.7	28.10	36.25	392	506
1.410	42	41.0	29.05	37.47	410	528
1.424	43	42.4	30.08	38.80	428	553
1.438	44	43.8	31.00	39.99	446	575
1.453	45	45.3	32.10	41.41	466	602
1.468	46	46.8	33.20	42.83	487	629
1.483	47	48.3	34.40	44.38	510	658
1.498	48	49.8	35.70	46.15	535	691
1.514	49	51.4	36.90	47.60	559	721
1.530	50	53.0	38.00	49.20	581	750

Т А Б Л И

Таблица вліянія температури

	0° Ц.	5°	10°	15°	20°	25°	30°	35°	40°
Удѣл. в . .	1.367	1.364	1.362	1.360	1.357	1.355	1.353	1.350	1.348
Боме . .	38.8	38.5	38.4	38.2	38.0	37.8	37.7	37.4	37.3
Удѣл. в . .	1.357	1.354	1.352	1.350	1.347	1.345	1.343	1.340	1.337
Б . .	38.0	37.8	37.6	37.4	37.2	37.0	36.9	36.6	36.4
Удѣл. в . .	1.347	1.344	1.342	1.340	1.338	1.336	1.333	1.330	1.327
Б . .	37.2	36.9	36.8	36.6	36.5	36.3	36.1	35.8	35.6
Удѣл. в . .	1.338	1.335	1.332	1.330	1.328	1.325	1.323	1.320	1.317
Б . .	36.5	36.2	36.0	35.8	35.8	35.4	35.3	35.0	34.8
Удѣл. в . .	1.328	1.325	1.322	1.320	1.318	1.315	1.313	1.310	1.307
Б . .	35.7	35.4	35.2	35.0	34.8	34.6	34.4	34.2	33.9
Удѣл. в . .	1.318	1.315	1.313	1.310	1.308	1.305	1.303	1.300	1.297
Б . .	34.8	34.6	34.4	34.2	34.0	33.7	33.5	33.3	33.0
Удѣл. в . .	1.308	1.305	1.303	1.300	1.297	1.294	1.292	1.289	1.287
Б . .	34.0	33.7	33.5	33.3	33.0	32.8	32.6	32.3	32.2
Удѣл. в . .	1.298	1.295	1.293	1.290	1.287	1.284	1.282	1.279	1.277
Б . .	33.1	32.8	32.7	32.4	32.2	31.9	31.7	31.5	31.3
Удѣл. в . .	1.288	1.285	1.283	1.280	1.277	1.274	1.272	1.269	1.267
Б . .	32.3	32.0	31.8	31.5	31.3	31.0	30.8	30.5	30.4
Удѣл. в . .	1.278	1.275	1.273	1.270	1.267	1.265	1.262	1.260	1.258
Б . .	31.4	31.1	30.9	30.6	30.4	30.2	29.9	29.7	29.5
Удѣл. в . .	1.268	1.265	1.263	1.260	1.257	1.255	1.252	1.250	1.248
Б . .	30.5	30.2	30.0	29.7	29.5	29.3	29.0	28.8	28.6
Удѣл. в . .	1.257	1.225	1.252	1.250	1.247	1.245	1.242	1.240	1.238
Б . .	29.5	29.3	29.0	28.8	28.5	28.4	28.1	27.9	27.7
Удѣл. в . .	1.247	1.245	1.242	1.240	1.237	1.235	1.232	1.230	1.228
Б . .	28.5	28.4	28.1	27.9	27.6	27.4	27.1	26.9	26.7
Удѣл. в . .	1.237	1.235	1.232	1.230	1.227	1.224	1.222	1.220	1.218
Б . .	27.6	27.4	27.1	26.9	26.6	26.4	26.2	26.0	25.8
Удѣл. в . .	1.227	1.225	1.222	1.220	1.217	1.214	1.212	1.210	1.208
Б . .	26.6	26.5	26.2	26.0	25.7	25.4	25.2	25.0	24.8
Удѣл. в . .	1.217	1.215	1.212	1.210	1.207	1.204	1.203	1.200	1.198
Б . .	25.7	25.5	25.2	25.0	24.7	24.4	24.3	24.0	23.8
Удѣл. в . .	1.207	1.205	1.202	1.200	1.197	1.195	1.193	1.190	1.188
Б . .	24.7	24.5	24.2	24.0	23.7	23.5	23.3	23.0	22.8
Удѣл. в . .	1.197	1.195	1.192	1.190	1.187	1.185	1.183	1.180	1.178
Б . .	23.7	23.5	23.2	23.0	22.7	22.5	22.3	22.0	21.8
Удѣл. в . .	1.187	1.185	1.182	1.180	1.177	1.175	1.173	1.170	1.168
Б . .	22.7	22.5	22.2	22.0	21.7	21.4	21.2	20.9	20.7

Ц А V.

на уд. вѣса ѣдкихъ натров. щелоковъ.

45°	50°	55°	60°	65°	70°	75°	80°	85°	90°	95°	100°
1.345	1.342	1.339	1.336	1.333	1.331	1.328	1.326	1.323	1.321	1.318	1.316
37.0	36.8	36.5	36.3	36.1	35.9	35.7	35.5	35.3	35.1	34.8	34.7
1.335	1.332	1.330	1.327	1.324	1.322	1.319	1.316	1.314	1.311	1.308	1.306
36.2	36.0	35.8	35.6	35.3	35.2	34.9	34.7	34.5	34.3	34.0	33.8
1.325	1.332	1.320	1.317	1.314	1.312	1.309	1.306	1.304	1.301	1.298	1.296
35.4	35.2	35.0	34.8	34.5	34.3	34.1	33.8	33.6	33.4	33.1	32.9
1.315	1.312	1.310	1.307	1.304	1.302	1.299	1.296	1.294	1.291	1.288	1.286
34.6	34.3	34.2	33.9	33.6	33.5	33.2	32.9	32.8	32.5	32.3	32.1
1.305	1.302	1.300	1.297	1.294	1.292	1.289	1.286	1.283	1.280	1.277	1.274
33.7	33.5	33.3	33.0	32.8	32.6	32.3	32.1	31.8	31.5	31.3	31.0
1.294	1.292	1.289	1.286	1.284	1.281	1.278	1.275	1.272	1.269	1.266	1.263
32.8	32.6	32.3	32.1	31.9	31.6	31.4	31.1	30.8	30.5	30.3	30.0
1.284	1.282	1.279	1.276	1.274	1.271	1.268	1.265	1.262	1.259	1.256	1.253
31.9	31.7	31.5	31.2	31.0	30.7	30.5	30.2	29.9	29.6	29.4	29.1
1.274	1.272	1.269	1.266	1.264	1.261	1.258	1.255	1.252	1.249	1.245	1.242
1.0	30.8	30.5	30.3	30.1	29.8	29.5	29.3	29.0	28.7	28.4	28.1
1.264	1.262	1.259	1.256	1.254	1.251	1.248	1.245	1.242	1.239	1.235	1.232
30.1	29.9	29.6	29.4	29.2	28.9	28.6	28.4	28.1	27.8	27.4	27.1
1.225	1.252	1.250	1.247	1.245	1.242	1.239	1.236	1.233	1.231	1.228	1.225
29.3	29.0	28.8	28.5	28.4	28.1	27.8	27.5	27.2	27.0	26.7	26.5
1.245	1.242	1.240	1.237	1.235	1.232	1.229	1.226	1.223	1.221	1.218	1.215
28.4	28.1	27.9	27.6	27.4	27.1	26.8	26.5	26.3	26.1	25.8	25.5
1.235	1.233	1.231	1.228	1.226	1.223	1.220	1.218	1.215	1.213	1.209	1.207
27.4	27.2	27.0	26.7	26.5	26.3	26.0	25.8	25.5	25.3	24.9	24.7
1.225	1.223	1.221	1.218	1.216	1.213	1.210	1.208	1.205	1.203	1.200	1.197
26.5	26.3	26.1	25.8	25.6	25.3	25.0	24.8	24.5	24.3	24.0	23.7
1.215	1.212	1.210	1.208	1.205	1.202	1.200	1.198	1.195	1.192	1.190	1.187
25.5	25.2	25.0	24.8	24.5	24.2	24.0	23.8	23.5	23.2	23.0	22.7
1.205	1.202	1.200	1.198	1.195	1.192	1.190	1.188	1.185	1.182	1.180	1.177
24.5	24.2	24.0	23.8	23.5	23.2	23.0	22.8	22.5	22.2	22.0	21.7
1.195	1.192	1.191	1.189	1.186	1.184	1.181	1.179	1.176	1.173	1.171	1.168
23.5	23.2	23.1	22.9	22.6	22.4	22.1	21.9	21.6	21.2	21.0	20.7
1.186	1.184	1.182	1.180	1.177	1.175	1.172	1.169	1.166	1.163	1.161	1.158
22.6	22.4	22.2	22.0	21.7	21.4	21.1	20.8	20.4	20.1	19.9	19.6
1.176	1.174	1.172	1.169	1.166	1.164	1.161	1.158	1.155	1.153	1.150	1.147
21.6	21.3	21.1	20.8	20.4	20.2	19.9	19.6	19.3	19.1	18.8	18.5
1.166	1.164	1.162	1.159	1.156	1.153	1.151	1.148	1.145	1.143	1.140	1.137
20.4	20.2	20.0	19.7	19.4	19.1	18.9	18.6	18.3	18.1	17.8	17.4

ТАБЛИ

Таблица вліянія температури на

	0° Ц.	5°	10°	15°	20°	25°	30°	35°	40°
Удѣл. в . .	1.176	1.174	1.172	1.170	1.167	1.165	1.163	1.161	1.158
Боме . .	21.6	21.3	21.2	20.9	20.5	20.3	20.1	19.9	19.6
Удѣл. в . .	1.166	1.164	1.162	1.160	1.157	1.155	1.153	1.151	1.148
Б . .	20.4	20.2	20.0	19.8	19.5	19.3	19.1	18.9	18.6
Удѣл. в . .	1.156	1.154	1.152	1.150	1.148	1.146	1.144	1.142	1.140
Б . .	19.4	19.2	19.0	18.8	18.6	18.4	18.2	18.0	17.8
Удѣл. в . .	1.146	1.144	1.142	1.140	1.138	1.136	1.134	1.132	1.130
Б . .	18.4	18.2	18.0	17.8	17.5	17.3	17.0	16.8	16.5
Удѣл. в . .	1.136	1.134	1.132	1.130	1.128	1.126	1.124	1.122	1.120
Б . .	17.3	17.0	16.8	16.5	16.3	16.1	15.9	15.7	15.5
Удѣл. в . .	1.126	1.124	1.122	1.120	1.118	1.116	1.114	1.112	1.110
Б . .	16.1	15.9	15.7	15.4	15.2	15.0	14.8	14.5	14.3
Удѣл. в . .	1.115	1.113	1.112	1.110	1.108	1.106	1.104	1.102	1.100
Б . .	14.9	14.6	14.5	14.3	14.0	13.8	13.5	13.2	13.0
Удѣл. в . .	1.105	1.103	1.102	1.100	1.098	1.096	1.095	1.093	1.092
Б . .	13.6	13.4	13.3	13.0	12.8	12.6	12.4	12.2	12.1
Удѣл. в . .	1.094	1.093	1.091	1.090	1.088	1.087	1.086	1.084	1.082
Б . .	12.3	12.2	12.0	11.9	11.6	11.5	11.4	11.1	10.9
Удѣл. в . .	1.084	1.083	1.081	1.080	1.078	1.077	1.076	1.074	1.072
Б . .	11.1	11.0	10.8	10.6	10.4	10.3	10.1	9.9	9.6
Удѣл. в . .	1.074	1.073	1.071	1.070	1.068	1.067	1.066	1.064	1.062
Б . .	9.9	9.8	9.5	9.4	9.1	9.0	8.9	8.6	8.3
Удѣл. в . .	1.064	1.063	1.061	1.060	1.058	1.057	1.056	1.054	1.052
Б . .	8.6	8.4	8.2	8.0	7.8	7.6	7.5	7.3	7.0
Удѣл. в . .	1.054	1.053	1.051	1.050	1.048	1.047	1.046	1.044	1.042
Б . .	7.3	7.1	6.9	6.7	6.4	6.3	6.2	5.9	5.6
Удѣл. в . .	1.044	1.043	1.041	1.040	1.038	1.037	1.036	1.034	1.032
Б . .	5.9	5.8	5.5	5.4	5.1	5.0	4.9	4.6	4.4
Удѣл. в . .	1.034	1.033	1.031	1.030	1.028	1.027	1.026	1.024	1.022
Б . .	4.6	4.5	4.3	4.1	3.9	3.7	3.5	3.3	3.0
Удѣл. в . .	1.024	1.023	1.021	1.020	1.018	1.017	1.016	1.014	1.012
Б . .	3.3	3.2	2.9	2.8	2.5	2.4	2.3	2.0	1.7
Удѣл. в . .	1.014	1.013	1.011	1.010	1.008	1.007	1.006	1.004	1.002
Б . .	2.0	1.9	1.6	1.4	1.1	1.0	0.9	0.6	0.3

Ц А V.

уд. вѣса ѣдкихъ натровыхъ щелоковъ.

[illegible]

ТАБЛИЦА VI.

Таблица удѣл. вѣсовъ азотной кислоты различной концентрации при 15° Ц.
(отнесено къ водѣ 4°), по Люнге и Рею.

ВѢ. Эта таблица относится къ химически чистой азотной кислотѣ, безъ азотноватой.

Удѣл. вѣса при 40° безводн. простр. Vol.-Gew. del 40° (influer).	Градусы Боуе.	Градусы Дев-симетра.	100 вѣс. частей содержать.				1 л. содержитъ килограм.			
			N ₂ O ₅	HNO ₃	Кислоты.		N ₂ O ₅	HNO ₃	Кислоты.	
					36°Б.	40°Б.			36°Б.	40°Б.
1.000	0	0	0.08	0.10	0.19	0.16	0.001	0.001	0.002	0.001
1.005	0.7	0.5	0.85	1.00	1.89	1.61	0.008	0.010	0.019	0.016
1.010	1.4	1	1.62	1.90	3.60	3.07	0.016	0.019	0.036	0.031
1.015	2.1	1.5	2.39	2.80	5.30	4.52	0.024	0.028	0.053	0.045
1.020	2.7	2	3.17	3.70	7.01	5.98	0.033	0.038	0.072	0.061
1.025	3.4	2.5	3.94	4.60	8.71	7.43	0.040	0.047	0.089	0.076
1.030	4.1	3	4.71	5.50	10.42	8.88	0.049	0.057	0.108	0.092
1.035	4.7	3.5	5.47	6.38	12.08	10.30	0.057	0.066	0.125	0.107
1.040	5.4	4	6.22	7.26	13.75	11.72	0.064	0.072	0.143	0.121
1.045	6.0	4.5	6.97	8.13	15.40	13.13	0.073	0.085	0.161	0.137
1.050	6.7	5	7.71	8.99	17.03	14.52	0.081	0.094	0.178	0.152
1.055	7.4	5.5	8.43	9.84	18.64	15.89	0.089	0.104	0.197	0.168

1.060	8.0	6	9.15	10.68	20.23	17.25	10.95	0.097	0.113	0.214	0.182	0.116
1.065	8.7	6.5	9.87	11.51	21.80	18.59	11.81	0.105	0.123	0.233	0.198	0.126
1.070	9.4	7	10.57	12.33	23.35	19.91	12.65	0.113	0.132	0.250	0.213	0.135
1.075	10.0	7.5	11.27	13.15	24.91	21.24	13.49	0.121	0.141	0.267	0.228	0.145
1.080	10.6	8	11.96	13.95	26.42	22.53	14.31	0.129	0.151	0.286	0.244	0.155
1.085	11.2	8.5	12.64	14.74	27.92	23.80	15.12	0.137	0.160	0.303	0.258	0.164
1.090	11.9	9	13.31	15.53	29.41	25.08	15.93	0.145	0.169	0.320	0.273	0.173
1.095	12.4	9.5	13.99	16.32	30.91	26.35	16.74	0.153	0.179	0.339	0.289	0.184
1.100	13.0	10	14.67	17.11	32.41	27.63	17.55	0.161	0.188	0.356	0.304	0.193
1.105	13.6	10.5	15.34	17.89	33.89	28.89	18.35	0.170	0.198	0.375	0.320	0.203
1.110	14.2	11	16.00	18.67	35.16	30.15	19.15	0.177	0.207	0.392	0.335	0.212
1.115	14.9	11.5	16.67	19.45	36.84	31.41	19.95	0.186	0.217	0.411	0.350	0.223
1.120	15.4	12	17.34	20.23	38.31	32.67	20.75	0.195	0.227	0.430	0.366	0.233
1.125	16.0	12.5	18.00	21.00	39.77	33.91	21.54	0.202	0.236	0.447	0.381	0.242
1.130	16.5	13	18.66	21.77	41.23	35.16	22.33	0.211	0.246	0.466	0.397	0.252
1.135	17.1	13.5	19.32	22.54	42.69	36.40	23.12	0.219	0.256	0.485	0.413	0.263
1.140	17.7	14	19.98	23.31	44.15	37.65	23.91	0.228	0.266	0.504	0.430	0.273
1.145	18.3	14.5	20.64	24.08	45.61	38.89	24.70	0.237	0.276	0.523	0.446	0.283
1.150	18.8	15	21.29	24.84	47.05	40.12	25.48	0.245	0.286	0.542	0.462	0.293
1.155	19.3	15.5	21.94	25.60	48.49	41.35	26.26	0.254	0.296	0.561	0.478	0.304
1.160	19.8	16	22.60	26.36	49.92	42.57	27.04	0.262	0.306	0.580	0.494	0.314
1.165	20.3	16.5	23.25	27.12	51.36	43.80	27.82	0.271	0.316	0.598	0.510	0.324
1.170	20.9	17	23.90	27.88	52.80	45.03	28.59	0.279	0.326	0.617	0.526	0.334
1.175	21.4	17.5	24.54	28.63	54.22	46.24	29.36	0.288	0.336	0.636	0.543	0.345
1.180	22.0	18	25.18	29.38	55.64	47.45	30.13	0.297	0.347	0.657	0.560	0.356
1.185	22.5	18.5	25.83	30.13	57.07	48.66	30.90	0.306	0.357	0.676	0.577	0.366
1.190	23.0	19	26.47	30.88	58.49	49.87	31.67	0.315	0.367	0.695	0.593	0.376
1.195	23.5	19.5	27.10	31.62	59.89	51.07	32.43	0.324	0.378	0.715	0.610	0.388
1.200	24.0	20	27.74	32.36	61.29	52.26	33.19	0.333	0.388	0.735	0.627	0.398
1.205	24.5	20.5	28.36	33.09	62.67	53.23	33.94	0.342	0.399	0.755	0.644	0.409

Таблица удѣл. вѣсовъ азотной кислоты различной концентрации при 15° Ц.
(отнесено къ водѣ 4°), по Люнге и Рею.

NB. Эта таблица относится къ химически чистой азотной кислотѣ, безъ азотноватой.

Удѣл. вѣса при 40°	Возврат. проц. при 150°	Vol.-Gew. bei 150° (Influer.)	Градусы Роме.	Градусы Ден симетра.	100 вѣс. частей содержать.				1 литръ содержитъ килограм.			
					N ₂ O ₅	HNO ₃	К и с л о т ы.		N ₂ O ₅	HNO ₃	К и с л о т ы.	
							36°Б.	40°Б.			48 1/2°Б.	36°Б.
1.210	25.0	21	28.99	33.82	64.05	54.21	34.69	0.351	0.409	0.775	0.661	0.419
1.215	25.5	21.5	29.61	34.55	65.44	55.18	35.44	0.360	0.420	0.795	0.678	0.431
1.220	26.0	22	30.24	35.28	65.82	56.16	36.18	0.369	0.430	0.815	0.695	0.441
1.225	26.4	22.5	30.88	36.03	68.24	57.64	36.95	0.378	0.441	0.835	0.712	0.452
1.230	26.9	23	31.53	36.78	61.66	59.13	37.72	0.387	0.452	0.856	0.730	0.466
1.235	27.4	23.5	32.17	37.53	71.08	60.61	38.49	0.397	0.463	0.877	0.748	0.475
1.240	27.9	24	32.82	38.29	72.52	61.84	39.27	0.407	0.475	0.900	0.767	0.487
1.245	28.4	24.5	33.47	39.05	73.96	63.07	40.05	0.417	0.489	0.921	0.785	0.498
1.250	28.8	25	34.13	39.82	75.42	64.31	40.84	0.427	0.498	0.943	0.804	0.511
1.255	29.3	25.5	34.78	40.58	76.86	65.54	41.62	0.437	0.509	0.965	0.822	0.522
1.260	29.7	26	35.44	41.34	78.30	66.76	42.40	0.447	0.521	0.987	0.841	0.534
7.265	30.2	26.5	36.09	42.10	79.74	67.99	43.18	0.457	0.533	1.009	0.860	0.547

1.270	30.6	27	36.75	42.87	81.20	69.23	43.97	0.467	0.544	1.320	0.879	0.558
1.275	31.1	27.5	37.41	43.64	82.65	70.48	44.76	0.477	0.556	1.333	0.898	0.570
1.280	31.5	28	38.07	44.41	84.11	71.72	45.55	0.487	0.568	1.346	0.918	0.583
1.285	32.0	28.5	38.73	45.18	85.57	72.96	46.34	0.498	0.581	1.373	0.938	0.596
1.290	32.4	29	39.39	45.95	87.03	74.21	47.13	0.508	0.593	1.400	0.957	0.608
1.295	32.8	29.5	40.05	46.72	88.48	75.45	47.92	0.519	0.605	1.427	0.977	0.621
1.300	33.3	30	40.71	47.49	89.94	76.70	48.71	0.529	0.617	1.455	0.997	0.633
1.305	33.7	30.5	41.37	48.26	91.40	77.94	49.50	0.540	0.630	1.483	1.017	0.646
1.310	34.2	31	42.06	49.07	92.94	79.25	50.33	0.551	0.643	1.513	1.038	0.659
1.315	34.6	31.5	42.76	49.89	94.9	80.57	51.17	0.562	0.656	1.543	1.059	0.673
1.320	35.0	32	43.47	50.71	96.05	81.90	52.01	0.573	0.669	1.573	1.080	0.689
1.325	35.4	32.5	44.17	51.53	97.60	83.22	52.85	0.585	0.683	1.603	1.103	0.701
1.330	35.8	33	44.89	52.37	99.19	84.58	53.71	0.597	0.697	1.623	1.126	0.715
1.3325	36.0	33.25	45.26	52.80	100.00	85.27	54.15	0.603	0.704	1.633	1.137	0.722
1.335	36.2	33.5	45.62	53.22	100.80	85.95	54.58	0.609	0.710	1.665	1.148	0.728
1.340	36.6	34	46.35	54.07	102.41	87.32	55.46	0.621	0.725	1.697	1.171	0.744
1.345	37.0	34.5	47.08	54.93	104.04	88.71	56.34	0.633	0.739	1.731	1.193	0.758
1.350	37.4	35	47.82	55.79	105.67	90.10	57.22	0.645	0.753	1.767	1.216	0.772
1.355	37.8	35.5	48.57	56.66	107.31	91.51	58.11	0.658	0.768	1.801	1.240	0.788
1.360	38.2	36	49.35	57.57	109.03	92.97	59.05	0.671	0.783	1.831	1.265	0.803
1.365	38.6	36.5	50.13	58.48	110.75	94.44	59.98	0.684	0.798	1.861	1.289	0.818
1.370	39.0	37	50.91	59.39	112.48	95.91	60.91	0.698	0.814	1.891	1.314	0.835
1.375	39.4	37.5	51.69	60.30	114.20	97.38	61.85	0.711	0.829	1.921	1.339	0.850
1.380	39.8	38	52.52	61.27	116.04	98.95	62.84	0.725	0.846	1.951	1.366	0.868
1.3833	40.0	—	53.08	61.92	117.27	100.00	63.51	0.735	0.857	1.981	1.383	0.879
1.385	40.1	38.5	53.35	62.24	117.88	100.51	63.84	0.739	0.862	2.011	1.392	0.884
1.390	40.5	39	54.20	63.23	119.75	102.12	64.85	0.753	0.879	2.041	1.420	0.902
1.395	40.8	39.5	55.07	64.25	121.68	103.76	65.90	0.768	0.896	2.071	1.447	0.919
1.400	41.2	40	55.97	65.30	123.67	105.46	66.97	0.783	0.914	2.101	1.476	0.937
1.405	41.6	40.5	56.92	66.40	125.75	107.24	68.10	0.800	0.933	2.131	1.507	0.957

Таблица удѣл. вѣсовъ азотной кислоты различной концентрации при 15° Ц.
(отнесено къ водѣ 4°), по Люнге и Рею.

NB. Эта таблица относится къ химически чистой азотной кислотѣ, безъ азотноватой.

Удѣл. вѣса при 15° безвод. простр. Vol.-Gew. bei 15° (Luftleer).	Градусы Роме.	Градусы Ден-симетра.	100 вѣс. частей содержать.				1 литръ содержитъ килограм.					
			N ₂ O ₅	HNO ₃	К и с л о т ы.		N ₂ O ₅	HNO ₃	К и с л о т ы.			
					36°Б.	40°Б.			48 ¹ / ₂ °Б.	36°Б.	40°Б.	48 ¹ / ₂ °Б.
1.410	42.0	41	57.86	67.50	127.84	109.01	69.23	0.816	0.952	1.803	1.537	0.976
1.415	42.3	41.5	58.83	68.63	129.98	110.84	70.39	0.832	0.917	1.839	1.568	0.996
1.420	42.7	42	59.83	69.80	132.19	112.73	71.59	0.849	0.991	1.877	1.600	1.016
1.425	43.1	42.5	60.84	70.98	134.43	114.63	72.80	0.867	1.011	1.915	1.633	1.037
1.430	43.4	43	61.86	72.17	136.68	116.55	74.02	0.885	1.032	1.955	1.667	1.058
1.435	43.8	43.5	62.91	73.39	138.99	118.52	75.27	0.903	1.053	1.995	1.701	1.080
1.440	44.1	44	64.01	74.68	141.44	120.61	76.59	0.921	1.075	2.037	1.736	1.103
1.445	44.4	44.5	65.13	75.98	143.90	122.71	77.93	0.941	1.098	2.080	1.773	1.126
1.450	44.8	45	66.24	77.28	146.36	124.81	79.26	0.961	1.121	2.123	1.810	1.150
1.455	45.1	45.5	67.38	78.60	148.86	126.94	80.62	0.981	1.114	2.167	1.848	1.173
1.460	45.4	46	68.56	79.98	151.47	129.17	82.03	1.001	1.168	2.212	1.885	1.198
1.465	45.8	45.5	69.79	81.42	154.20	131.49	83.51	1.023	1.193	2.259	1.927	1.224

1.470	46.1	47	71.06	82.90	157.00	133.88	85.03	1.045	1.219	2.309	1.969	1.250
1.475	46.4	47.5	72.39	84.45	159.94	136.39	86.62	1.068	1.246	2.360	2.012	1.278
1.480	46.8	48	73.76	86.05	162.97	138.97	88.26	1.092	1.247	2.413	2.058	1.307
1.485	47.1	48.5	75.18	87.70	166.09	141.63	89.95	1.116	1.302	2.466	2.103	1.335
1.490	47.4	49	76.80	89.60	169.69	144.70	91.90	1.114	1.335	2.528	2.156	1.369
1.495	47.8	49.5	78.52	91.60	173.48	147.93	93.95	1.174	1.369	2.593	2.211	1.404
1.500	48.1	50	80.65	94.09	178.19	151.96	96.50	1.210	1.411	2.672	2.278	1.447
1.501	—	—	81.09	94.60	179.16	152.78	97.03	1.217	1.420	2.689	2.293	1.456
1.502	—	—	81.50	95.08	180.07	153.55	97.52	1.224	1.428	2.704	2.306	1.465
1.503	—	—	81.91	95.55	180.96	154.51	98.00	1.231	1.436	2.720	2.319	1.473
1.504	—	—	82.29	96.00	181.81	155.04	98.46	1.238	1.444	2.735	2.332	1.481
1.505	48.4	50.5	82.63	96.39	182.55	155.67	98.86	1.244	1.451	2.748	2.343	1.488
1.506	—	—	82.94	96.76	183.25	156.27	99.27	1.249	1.457	2.759	2.353	1.494
1.507	—	—	83.26	97.13	183.95	156.86	99.62	1.255	1.464	2.773	2.364	1.502
1.508	48.5	—	83.58	97.50	184.65	157.47	100.00	1.260	1.470	2.784	2.374	1.508
1.509	—	—	83.87	97.84	185.30	158.01	100.35	1.265	1.476	2.795	2.384	1.514
1.510	48.7	51	84.09	98.10	185.79	158.43	100.62	1.270	1.481	2.805	2.392	1.519
1.511	—	—	84.28	98.32	186.21	158.79	100.84	1.274	1.486	2.814	2.400	1.524
1.512	—	—	84.46	98.53	186.61	159.13	101.06	1.277	1.490	2.822	2.406	1.528
1.513	—	—	84.63	98.73	186.98	159.45	101.26	1.280	1.494	2.829	2.413	1.532
1.514	—	—	84.78	98.90	187.30	159.72	101.44	1.283	1.497	2.835	2.418	1.535
1.515	49.0	51.5	84.92	99.07	187.63	160.00	101.61	1.287	1.501	2.843	2.424	1.539
1.516	—	—	85.04	99.21	187.89	160.22	101.75	1.289	1.504	2.848	2.429	1.543
1.517	—	—	85.15	99.34	188.14	160.43	101.89	1.292	1.507	2.854	2.434	1.546
1.518	—	—	85.26	99.46	188.37	160.63	102.01	1.294	1.510	2.860	2.439	1.549
1.519	—	—	85.35	99.57	188.58	160.81	102.12	1.296	1.512	2.864	2.442	1.551
1.520	49.4	52	85.44	99.67	188.77	160.97	102.23	1.299	1.515	2.869	2.447	1.554

Т А Б Л И
Вліяніе температуры на

	0° Ц.	5°	10°	15°	20°	25°	30°	35°	40°
Удѣл. в. . .	1.424	1.414	1.407	1.400	1.392	1.385	1.378	1.371	1.363
Боме . . .	43.0	42.3	41.8	41.2	40.7	40.2	39.6	39.1	38.5
Удѣл. в. . .	1.413	1.404	1.397	1.390	1.382	1.375	1.367	1.361	1.354
Б . . .	42.2	41.5	41.0	40.5	39.9	39.4	38.8	38.3	37.8
Удѣл. в. . .	1.402	1.394	1.387	1.380	1.372	1.365	1.357	1.351	1.344
Б . . .	41.4	40.8	40.3	39.8	39.2	38.6	38.0	37.5	36.9
Удѣл. в. . .	1.391	1.383	1.377	1.370	1.363	1.356	1.349	1.342	1.335
Б . . .	40.6	40.0	39.5	39.0	38.5	37.9	37.3	36.8	36.2
Удѣл. в. . .	1.380	1.373	1.367	1.360	1.353	1.346	1.340	1.333	1.326
Б . . .	39.8	39.2	38.8	38.2	37.7	37.1	36.6	36.1	35.5
Удѣл. в. . .	1.369	1.362	1.356	1.350	1.343	1.337	1.330	1.323	1.317
Б . . .	38.9	38.4	37.9	37.4	36.9	36.4	35.8	35.3	34.8
Удѣл. в. . .	1.359	1.352	1.346	1.340	1.333	1.327	1.320	1.314	1.308
Б . . .	38.2	37.6	37.1	36.6	36.1	35.6	35.0	34.5	34.0
Удѣл. в. . .	1.348	1.342	1.336	1.330	1.324	1.318	1.311	1.305	1.299
Б . . .	37.3	36.8	36.3	35.8	35.3	34.8	34.3	33.7	33.2
Удѣл. в. . .	1.338	1.332	1.326	1.320	1.314	1.308	1.302	1.296	1.290
Б . . .	36.5	36.0	35.5	35.0	34.5	34.0	33.5	32.9	32.4
Удѣл. в. . .	1.327	1.321	1.316	1.310	1.304	1.299	1.293	1.287	1.281
Б . . .	35.6	35.1	34.7	34.2	33.6	33.2	32.7	32.2	31.6
Удѣл. в. . .	1.317	1.311	1.306	1.300	1.294	1.289	1.283	1.278	1.273
Б . . .	34.8	34.3	33.8	33.3	32.8	32.3	31.8	31.4	30.9
Удѣл. в. . .	1.307	1.301	1.296	1.290	1.284	1.279	1.273	1.268	1.263
Б . . .	33.9	33.4	32.9	32.4	31.9	31.5	30.9	30.5	30.0
Удѣл. в. . .	1.297	1.291	1.286	1.280	1.274	1.269	1.263	1.258	1.253
Б . . .	33.0	32.5	32.1	31.5	31.0	30.5	30.0	29.5	29.1
Удѣл. в. . .	1.287	1.281	1.276	1.270	1.265	1.259	1.254	1.248	1.243
Б . . .	32.2	31.6	31.2	30.6	30.2	29.6	29.2	28.6	28.2
Удѣл. в. . .	1.277	1.271	1.266	1.260	1.255	1.249	1.244	1.238	1.233
Б . . .	31.3	30.7	30.3	29.7	29.3	28.7	28.3	27.7	27.2
Удѣл. в. . .	1.266	1.260	1.255	1.250	1.245	1.240	1.235	1.229	1.224
Б . . .	30.3	29.7	29.3	28.8	28.4	27.9	27.4	26.8	26.4
Удѣл. в. . .	1.256	1.250	1.245	1.240	1.235	1.230	1.225	1.220	1.215
Б . . .	29.4	28.8	28.4	27.9	27.4	26.9	26.5	26.0	25.5
Удѣл. в. . .	1.245	1.240	1.235	1.230	1.225	1.220	1.215	1.210	1.206
Б . . .	28.4	27.9	27.4	26.9	26.5	26.0	25.5	25.0	24.6
Удѣл. в. . .	1.235	1.230	1.225	1.220	1.215	1.210	1.205	1.200	1.196
Б . . .	27.4	26.9	26.5	26.0	25.5	25.0	24.5	24.0	23.6
Удѣл. в. . .	1.224	1.219	1.214	1.210	1.205	1.200	1.196	1.191	1.187
Б . . .	26.4	25.9	25.4	25.0	24.5	24.0	23.6	23.1	22.7

Ц А VII.

удѣлн. вѣсъ азотной к.

45°	50°	55°	60°	65°	70°	75°	80°	85°	90°	95°	100°
1.356	1.349	1.342	1.335	1.329	1.323	1.316	1.310	1.303	1.296	1.290	1.283
37.9	37.3	36.8	36.2	35.8	35.3	34.7	34.2	33.5	32.9	32.4	31.8
1.347	1.340	1.333	1.327	1.320	1.314	1.308	1.302	1.294	1.288	1.282	1.276
37.2	36.6	36.1	35.6	35.0	34.5	34.0	33.5	32.8	32.3	31.7	31.2
1.339	1.332	1.325	1.319	1.312	1.305	1.300	1.293	1.286	1.280	1.274	1.267
36.5	36.0	35.4	34.9	34.3	33.7	33.3	32.7	32.1	31.5	31.0	30.4
1.330	1.323	1.316	1.310	1.304	1.298	1.292	1.286	1.279	1.274	1.267	1.260
35.8	35.3	34.7	34.2	33.6	33.1	32.6	32.1	31.5	31.0	30.4	29.7
1.320	1.314	1.308	1.302	1.296	1.290	1.284	1.278	1.272	1.266	1.260	1.254
35.0	34.5	34.0	33.5	32.9	32.4	31.9	31.4	30.8	30.3	29.7	29.2
1.312	1.305	1.300	1.294	1.288	1.282	1.276	1.270	1.265	1.259	1.253	1.247
34.3	33.7	33.3	32.8	32.3	31.7	31.2	30.6	30.2	29.6	29.1	28.5
1.303	1.297	1.291	1.286	1.280	1.274	1.268	1.263	1.257	1.252	1.246	1.240
33.5	33.0	32.5	32.1	31.5	31.0	30.5	30.0	29.5	29.0	28.5	27.9
1.294	1.288	1.282	1.278	1.272	1.266	1.261	1.255	1.250	1.245	1.240	1.234
32.8	32.3	31.7	31.4	30.8	30.3	29.8	29.3	28.8	28.4	27.9	27.3
1.285	1.280	1.274	1.269	1.264	1.258	1.253	1.248	1.243	1.238	1.233	1.228
32.0	31.5	31.0	30.5	30.1	29.5	29.1	28.6	28.2	27.7	27.2	26.7
1.276	1.271	1.266	1.261	1.256	1.251	1.246	1.240	1.235	1.230	1.225	1.220
31.2	30.7	30.3	29.8	29.4	28.9	28.5	27.9	27.4	26.9	26.5	26.0
1.268	1.263	1.258	1.253	1.248	1.243	1.238	1.232	1.227	1.222	1.217	1.212
30.5	30.0	29.5	29.1	28.6	28.2	27.7	27.1	26.6	26.2	25.7	25.2
1.258	1.253	1.248	1.244	1.239	1.234	1.229	1.223	1.218	1.213	1.208	1.203
29.5	29.1	28.6	28.3	27.8	27.3	26.8	26.3	25.8	25.3	24.8	24.3
1.248	1.243	1.238	1.234	1.229	1.224	1.219	1.214	1.209	1.204	1.199	1.194
28.6	28.2	27.7	27.4	26.8	26.4	25.9	25.4	24.9	24.4	23.9	23.4
1.238	1.234	1.229	1.225	1.220	1.215	1.210	1.205	1.199	1.195	1.190	1.185
27.7	27.3	26.8	26.5	26.0	25.5	25.0	24.5	23.9	23.5	23.0	22.5
1.228	1.224	1.219	1.215	1.210	1.205	1.200	1.195	1.190	1.185	1.180	1.175
26.7	26.4	25.9	25.5	25.0	24.5	24.0	23.5	23.0	22.5	22.0	21.4
1.219	1.215	1.210	1.206	1.201	1.196	1.191	1.186	1.181	1.176	1.171	1.167
25.9	25.5	25.0	24.6	24.1	23.6	23.1	22.6	22.1	21.6	21.0	20.6
1.210	1.205	1.200	1.196	1.191	1.186	1.181	1.177	1.172	1.167	1.162	1.158
25.0	24.5	24.0	23.6	23.1	22.6	22.1	21.7	21.1	20.6	20.0	19.6
1.201	1.196	1.191	1.187	1.182	1.177	1.172	1.168	1.163	1.158	1.153	1.149
24.1	23.6	23.1	22.7	22.3	21.7	21.1	20.7	20.1	19.6	19.1	18.7
1.191	1.186	1.182	1.177	1.172	1.167	1.163	1.158	1.153	1.148	1.144	1.139
23.1	22.6	22.2	21.7	21.1	20.6	20.1	19.5	19.1	18.6	18.2	17.6
1.182	1.177	1.173	1.168	1.163	1.160	1.154	1.149	1.144	1.140	1.135	1.130
22.2	21.7	21.2	20.7	20.1	19.8	19.2	18.7	18.2	17.8	17.1	16.5

Т А Б Л И

Вліяніе температуры на удѣлн.

	0° Ц.	5°	10°	15°	20°	25°	30°	35°	40°
Удѣл. в . .	1.213	1.208	1.204	1.200	1.195	1.190	1.186	1.181	1.177
Боме . .	25.3	24.8	24.4	24.0	23.5	23.0	22.6	22.1	21.7
Удѣл. в . .	1.202	1.198	1.194	1.190	1.185	1.181	1.177	1.172	1.168
Б . .	24.2	23.8	23.4	23.0	22.5	22.0	21.7	21.1	20.7
Удѣл. в . .	1.192	1.188	1.184	1.180	1.177	1.171	1.167	1.163	1.158
Б . .	23.2	22.8	22.4	22.0	21.7	21.0	20.6	20.1	19.6
Удѣл. в . .	1.182	1.178	1.174	1.170	1.166	1.162	1.158	1.154	1.149
Б . .	22.2	21.8	21.3	20.9	20.4	20.0	19.6	19.2	18.7
Удѣл. в . .	1.172	1.168	1.164	1.160	1.156	1.152	1.148	1.144	1.140
Б . .	21.1	20.7	20.2	19.8	19.4	19.0	18.6	18.2	17.8
Удѣл. в . .	1.161	1.158	1.154	1.150	1.146	1.142	1.139	1.135	1.130
Б . .	19.9	19.6	19.2	18.8	18.4	18.0	17.6	17.1	16.5
Удѣл. в . .	1.151	1.147	1.144	1.140	1.136	1.132	1.129	1.125	1.121
Б . .	18.9	18.5	18.2	17.7	17.3	16.8	16.4	16.0	15.6
Удѣл. в . .	1.139	1.136	1.133	1.130	1.126	1.123	1.119	1.116	1.112
Б . .	17.6	17.3	16.9	16.5	16.1	15.8	15.3	15.0	14.5
Удѣл. в . .	1.129	1.126	1.123	1.120	1.116	1.113	1.110	1.106	1.103
Б . .	16.4	16.1	15.8	15.4	15.0	14.6	14.3	13.8	13.4
Удѣл. в . .	1.118	1.115	1.112	1.110	1.107	1.104	1.101	1.097	1.094
Б . .	15.2	14.9	14.5	14.2	13.9	13.5	13.1	12.7	12.3
Удѣл. в . .	1.108	1.105	1.102	1.100	1.097	1.094	1.091	1.088	1.085
Б . .	14.0	13.6	13.3	13.0	12.7	12.3	12.0	11.6	11.3
Удѣл. в . .	1.098	1.095	1.092	1.090	1.087	1.084	1.081	1.078	1.075
Б . .	12.8	12.4	12.1	11.9	11.5	11.1	10.8	10.4	10.0
Удѣл. в . .	1.088	1.085	1.082	1.080	1.077	1.074	1.071	1.068	1.065
Б . .	11.6	11.3	10.9	10.6	10.3	9.9	9.5	9.1	8.7
Удѣл. в . .	1.077	1.075	1.072	1.070	1.067	1.064	1.061	1.058	1.056
Б . .	10.3	10.0	9.6	9.4	9.0	8.6	8.2	7.8	7.5
Удѣл. в . .	1.067	1.064	1.062	1.060	1.057	1.055	1.052	1.050	1.048
Б . .	9.0	8.6	8.3	8.0	7.6	7.4	7.0	6.7	6.4
Удѣл. в . .	1.057	1.054	1.052	1.050	1.047	1.045	1.043	1.040	1.038
Б . .	7.6	7.3	7.0	6.7	6.3	6.0	5.8	5.4	5.1
Удѣл. в . .	1.047	1.044	1.042	1.040	1.037	1.035	1.033	1.030	1.028
Б . .	6.3	5.9	5.6	5.4	5.0	4.8	4.5	4.1	3.9
Удѣл. в . .	1.037	1.034	1.032	1.030	1.027	1.025	1.023	1.020	1.018
Б . .	5.0	4.6	4.4	4.1	3.7	3.4	3.1	2.8	2.5
Удѣл. в . .	1.027	1.024	1.022	1.020	1.017	1.015	1.013	1.010	1.008
Б . .	3.7	3.3	3.0	2.8	2.4	2.1	1.9	1.4	1.2
Удѣл. в . .	1.017	1.014	1.012	1.010	1.007	1.005	1.003	1.000	0.998
Б . .	2.4	2.0	1.7	1.4	1.0	0.7	0.4	—	—

Ц А VII.

вѣсь азотной к. (Продолженіе).

45°	50°	55°	60°	65°	70°	75°	80°	85°	90°	95°	100°
1.172	1.167	1.163	1.158	1.154	1.150	1.145	1.140	1.136	1.131	1.126	1.122
21.1	20.6	20.1	19.6	19.2	18.8	18.3	17.8	17.3	16.7	16.1	15.7
1.163	1.158	1.154	1.150	1.146	1.141	1.136	1.132	1.128	1.123	1.119	1.115
20.1	19.6	19.2	18.8	18.4	17.9	17.2	16.8	16.3	15.8	15.3	14.9
1.154	1.150	1.145	1.141	1.137	1.133	1.128	1.124	1.120	1.116	1.112	1.107
19.2	18.8	18.3	17.9	17.4	16.9	16.3	15.9	15.4	15.0	14.5	13.9
1.145	1.141	1.137	1.132	1.128	1.124	1.120	1.116	1.113	1.108	1.105	1.100
18.3	17.9	17.4	16.8	16.3	15.9	15.4	15.0	14.6	14.0	13.6	13.0
1.136	1.132	1.128	1.124	1.120	1.116	1.112	1.108	1.105	1.101	1.097	1.094
17.3	16.8	16.3	15.9	15.4	15.0	14.5	14.0	13.6	13.1	12.7	12.3
1.127	1.123	1.119	1.115	1.112	1.108	1.104	1.100	1.097	1.095	1.090	1.086
16.2	15.8	15.3	14.9	14.5	14.0	13.5	13.0	12.7	12.4	11.9	11.4
1.118	1.114	1.110	1.107	1.103	1.100	1.096	1.093	1.090	1.086	1.082	1.079
15.2	14.8	14.3	13.9	13.4	13.0	12.6	12.2	11.9	11.4	10.9	10.5
1.109	1.105	1.102	1.099	1.094	1.091	1.088	1.084	1.081	1.078	1.075	1.071
14.1	13.6	13.3	12.9	12.3	12.0	11.6	11.1	10.8	10.4	10.0	9.5
1.100	1.096	1.093	1.090	1.086	1.083	1.080	1.076	1.073	1.070	1.067	1.064
13.0	12.6	12.2	11.9	11.4	11.0	10.6	10.1	9.8	9.4	9.0	8.6
1.091	1.087	1.084	1.081	1.078	1.075	1.072	1.068	1.065	1.063	1.060	1.056
12.0	11.5	11.1	10.7	10.4	10.0	9.6	9.1	8.7	8.4	8.0	7.5
1.082	1.079	1.076	1.073	1.070	1.067	1.064	1.061	1.058	1.055	1.052	1.049
10.9	10.5	10.1	9.8	9.4	9.0	8.6	8.2	7.8	7.4	7.0	6.5
1.073	1.070	1.067	1.064	1.061	1.058	1.055	1.052	1.050	1.048	1.045	1.042
9.8	9.4	9.0	8.6	8.2	7.8	7.4	7.0	6.7	6.4	6.0	5.6
1.063	1.060	1.058	1.055	1.052	1.050	1.047	1.044	1.042	1.040	1.038	1.036
8.4	8.0	7.8	7.4	7.0	6.7	6.3	5.9	5.6	5.4	5.1	4.9
1.054	1.051	1.049	1.046	1.044	1.042	1.039	1.037	1.034	1.031	1.029	1.027
7.3	6.9	6.6	6.2	5.9	5.6	5.3	5.0	4.6	4.2	4.0	3.7
1.045	1.043	1.040	1.038	1.036	1.034	1.031	1.029	1.026	1.023	1.021	1.018
6.0	5.8	5.4	5.1	4.9	4.6	4.3	4.0	3.5	3.2	2.9	2.5
1.035	1.033	1.030	1.028	1.026	1.024	1.021	1.019	1.015	1.014	1.012	1.009
4.8	4.5	4.1	3.9	3.5	3.3	2.9	2.6	2.1	2.0	1.7	1.3
1.025	1.023	1.200	1.018	1.016	1.014	1.011	1.009	1.007	1.004	1.002	1.000
3.4	3.2	2.8	2.5	2.3	2.0	1.6	1.3	1.0	0.6	0.3	—
1.015	1.013	1.010	1.008	1.006	1.004	1.001	0.999	0.997	0.994	0.993	0.990
2.1	1.9	1.4	1.2	0.9	0.6	0.2	—	—	—	—	—
1.005	1.003	1.001	0.999	0.997	0.995	0.992	0.990	0.988	0.985	0.983	0.981
0.7	0.4	0.1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0.995	0.993	0.991	0.989	0.987	0.985	0.982	0.980	0.978	0.975	0.973	0.971

Т А Б Л И Ц А VIII.

Таблица удѣлн. вѣсовъ воднаго амміака при 15° по Люнге
и Вирнику.

Удѣл. вѣсъ при 15°	Проц. NH_3	1 литръ со- держ. NH_3 при 15° вѣгр.	Поправка удѣл. вѣса для ± 10	Удѣл. вѣсъ при 15°	Проц. NH_3	1 литръ со- держ. NH_3 при 15° вѣгр.	Поправка удѣл. вѣса для ± 10
1.000	0.00	0.0	0.00018	0.940	15.63	146.9	0.00039
0.998	0.45	4.5	0.00018	0.938	16.22	152.1	0.00040
0.996	0.91	9.1	0.00019	0.936	16.82	157.4	0.00041
0.994	1.37	13.6	0.00019	0.934	17.42	162.7	0.00041
0.992	1.84	18.2	0.00020	0.932	18.03	168.1	0.00042
0.990	2.31	22.9	0.00020	0.930	18.64	173.4	0.00042
0.998	2.80	27.7	0.00021	0.928	19.25	178.6	0.00043
0.986	3.30	32.5	0.00021	0.926	19.87	184.2	0.00044
0.984	3.80	37.4	0.00022	0.924	20.49	189.3	0.00045
0.982	4.30	42.2	0.00022	0.922	21.12	194.7	0.00046
0.980	4.80	47.0	0.00023	0.920	21.75	200.1	0.00047
0.978	5.30	51.8	0.00023	0.918	22.39	205.6	0.00048
0.976	5.80	56.6	0.00024	0.916	23.03	210.9	0.00049
0.974	6.30	61.4	0.00024	0.914	23.68	216.3	0.00050
0.972	6.80	66.1	0.00025	0.912	24.33	221.9	0.00051
0.970	7.31	70.9	0.00025	0.910	24.99	227.4	0.00052
0.968	7.82	75.7	0.00026	0.908	25.65	232.9	0.00053
0.966	8.33	80.5	0.00026	0.906	26.31	238.3	0.00054
0.964	8.84	85.2	0.00027	0.904	26.98	243.9	0.00055
0.962	9.35	89.9	0.00028	0.902	27.65	249.4	0.00056
0.960	9.91	95.1	0.00029	0.900	28.33	255.0	0.00057
0.958	10.47	100.3	0.00030	0.898	29.01	260.5	0.00058
0.956	11.03	105.4	0.00031	0.896	29.69	266.0	0.00059
0.954	11.60	110.7	0.00032	0.894	30.37	271.5	0.00060
0.952	12.17	115.9	0.00033	0.892	31.05	277.0	0.00060
0.950	12.74	121.0	0.00034	0.890	31.75	282.6	0.00061
0.948	13.31	126.2	0.00035	0.888	32.50	288.6	0.00062
0.946	13.88	131.3	0.00036	0.886	33.25	294.6	0.00063
0.994	14.46	136.5	0.00037	0.884	34.10	301.4	0.00064
0.942	15.04	141.7	0.00038	0.882	34.95	308.3	0.00065

ТА Б Л И Ц А IX.

Упругость водяного пара между -20 и $+118^{\circ}$ Ц. въ миллим.
ртути (Магнусъ).

Темп.	Мм.	Темп.	Мм.	Темп.	Мм.	Темп.	Мм.
-20°	0.916	$+15^{\circ}$	12.677	$+50^{\circ}$	92.0	$+85^{\circ}$	432.3
19	0.999	16	13.519	51	96.6	86	449.6
18	1.089	17	14.409	52	101.5	87	467.5
17	1.186	18	15.351	53	106.6	88	486.0
16	1.290	19	16.345	54	111.9	89	505.0
15	1.403	20	17.396	55	117.4	90	524.8
14	1.525	21	18.505	56	123.1	91	545.1
13	1.655	22	19.675	57	129.1	92	566.1
12	1.796	23	20.909	58	135.3	93	587.8
11	1.947	24	22.211	59	141.8	94	610.2
10	2.109	25	23.582	60	148.6	95	633.3
9	2.284	26	25.026	61	155.6	96	657.1
8	2.471	27	26.547	62	162.9	97	681.7
7	2.671	28	28.148	63	170.5	98	707.0
6	2.886	29	29.832	64	178.4	99	733.1
5	3.110	30	31.602	65	186.6	100	760.0
4	3.361	31	33.5	66	195.1	101	787.7
3	3.624	32	35.4	67	204.0	102	816.3
2	3.900	33	37.5	68	213.2	103	845.7
1	4.205	34	39.6	69	222.7	104	876.0
0	4.525	35	41.9	70	232.6	105	907.1
$+1$	4.867	36	44.3	71	242.9	106	939.2
2	5.231	37	46.8	72	253.5	107	972.3
3	5.619	38	49.4	73	264.6	108	1006.3
4	6.032	39	52.1	74	276.0	109	1041.3
5	6.471	40	55.0	75	287.9	110	1077.3
6	6.939	41	58.0	76	300.2	111	1114.3
7	7.436	42	61.1	77	312.9	112	1152.3
8	7.964	43	64.4	78	326.1	113	1191.4
9	8.525	44	67.8	79	339.8	114	1231.7
10	9.126	45	71.4	80	353.9	115	1273.0
11	9.756	46	75.2	81	368.6	116	1315.5
12	10.421	47	79.1	82	383.7	117	1359.1
13	11.130	48	83.2	83	399.4	118	1403.9
14	11.882	49	87.5	84	415.6		

Т А Б Л И Ц А X (первая).

1. Таблица Дитриха для поглощенія азота 60 куб. с. жидкости (50 куб. с. бромнаго щелока и 50 куб. с. воды) при удѣльн. вѣсѣ щелока 1,1 и такой крѣпости, что 500 куб. с. соотвѣтств. 200 mgr. при выдѣленіи отъ 1 до 100 куб. с. газа.

Выдѣлилось . .	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Поглотилось . .	0.06	0.08	0.11	0.13	0.16	0.18	0.21	0.23	0.26	0.28
Выдѣлилось . .	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Поглотилось . .	0.31	0.33	0.36	0.38	0.41	0.43	0.46	0.48	0.51	0.53
Выдѣлилось . .	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Поглотилось . .	0.56	0.58	0.61	0.63	0.66	0.68	0.71	0.73	0.76	0.78
Выдѣлилось . .	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
Поглотилось . .	0.81	0.83	0.86	0.88	0.91	0.93	0.96	0.98	1.01	1.03
Выдѣлилось . .	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
Поглотилось . .	1.06	1.08	1.11	1.13	1.16	1.18	1.21	1.23	1.26	1.28
Выдѣлилось . .	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60
Поглотилось . .	1.31	1.33	1.36	1.38	1.41	1.43	1.46	1.48	1.51	1.53
Выдѣлилось . .	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70
Поглотилось . .	1.56	1.58	1.61	1.63	1.66	1.68	1.71	1.73	1.76	1.78
Выдѣлилось . .	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80
Поглотилось . .	1.81	1.83	1.86	1.88	1.91	1.93	1.96	1.99	2.01	2.03
Выдѣлилось . .	81	82	83	84	85	86	87	88	89	90
Поглотилось . .	2.06	2.08	2.11	2.13	2.16	2.18	2.21	2.23	2.26	2.28
Выдѣлилось . .	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100
Поглотилось . .	2.31	2.33	2.36	2.38	2.41	2.43	2.46	2.48	2.51	2.53

Т А Б Л И Ц А X (вторая).

2. Таблица Дитриха для нахождения вѣса кубич. сантиметровъ N въ миллиграм. при давленіи 720—770 миллиметр. ртути и при температурахъ отъ 10 до 25° Цельсія.

Темпер. Цельсія.	М И Л Л И М Е Т Р Ы.								
	720	722	724	726	728	730	732	734	736
10°	1.13380	1.13699	1.14018	1.14337	1.14656	1.14975	1.15294	1.15613	1.15932
11	1.12881	1.13199	1.13517	1.13835	1.14153	1.14471	1.14789	1.15107	1.15424
12	1.12376	1.12293	1.13010	1.13326	1.13643	1.13960	1.14277	1.14493	1.14910
13	1.11875	1.12191	1.12506	1.12822	1.13138	1.13454	1.13769	1.14085	1.14401
14	1.11360	1.11684	1.11990	1.12313	1.12628	1.12942	1.13257	1.13572	1.13886
15	1.10859	1.11172	1.11486	1.11799	1.12113	1.12426	1.12739	1.13053	1.13366
16	1.10346	1.10058	1.10971	1.11283	1.11596	1.11908	1.12220	1.12533	1.12845
17	1.09828	1.10139	1.10450	1.10761	1.11073	1.11384	1.11695	1.12006	0.12317
18	1.09304	1.09614	1.09924	1.10234	1.10544	1.10854	1.11165	1.11775	1.11785
19	1.08774	1.09083	1.09392	1.09702	1.10011	1.10320	1.10629	1.10938	1.11248
20	1.08246	1.08554	1.08862	1.09170	1.09478	1.09786	1.10024	1.10402	1.10710
21	1.07708	1.08015	1.08322	1.08629	1.08936	1.09243	1.09550	1.09857	1.10165
22	1.07166	1.07472	1.07778	1.08084	1.08390	1.08696	1.09002	1.09308	1.09614
23	1.06616	1.06921	1.07226	1.07531	1.07836	1.08141	1.08446	1.08751	1.09056
24	1.06061	1.06365	1.06669	1.06973	1.07277	1.07581	1.07858	1.08189	1.08493
25	1.05499	1.05801	1.06104	1.06407	1.06710	1.07013	1.07316	1.07619	1.07922

ТАБЛИЦА X (вторая).

2. Таблица Дитриха для нахождения вѣса кубич. сантиметровъ N въ миллиграм. при давленіи 720—770 миллиметр. ртути и при температурахъ отъ 10 до 25° Цельсія.

Темпер. Цельсія.	М И Л Л И М Е Т Р Ы.								
	738	740	742	744	746	748	750	752	754
10°	1.16251	1.16570	1.16889	1.17208	1.17527	1.17846	1.18165	1.18484	1.18803
11	1.15742	1.16060	1.16378	1.16696	1.17014	1.17332	1.17650	1.17168	1.18286
12	1.15227	1.15543	1.15860	1.16177	1.16433	1.16810	1.17127	1.17444	1.17760
13	1.14716	1.15032	1.15348	1.15663	1.15979	1.16295	1.16611	1.16926	1.17242
14	1.14201	1.14515	1.14830	1.15145	1.15459	1.15774	1.16088	1.16403	1.16718
15	1.13680	1.13993	1.14306	1.14620	1.14933	1.15247	1.15560	1.15873	1.16187
16	1.13158	1.13470	1.13782	1.14095	1.14407	1.14720	1.15032	1.15344	1.15657
17	1.12629	1.12940	1.13251	1.13562	1.13873	1.14185	1.14496	1.14807	1.15118
18	1.12095	1.12405	1.12715	1.13025	1.13335	1.13645	1.13955	1.14266	1.14576
19	1.11757	1.11866	1.12175	1.12484	1.12794	1.13103	1.13412	1.13721	1.14030
20	1.11018	1.11327	1.11635	1.11943	1.12251	1.12559	1.12867	1.13175	1.13483
21	1.10472	1.10779	1.11086	1.11393	1.11700	1.12007	1.12314	1.12621	1.12928
22	1.09921	1.10227	1.10533	1.10839	1.11145	1.11451	1.11757	1.12063	1.12369
23	1.09361	1.09966	1.09971	1.10276	1.10581	1.10886	1.11191	1.11496	1.11801
24	1.08796	1.09100	1.09404	1.09708	1.10012	1.10316	1.10620	1.10924	1.11228
25	1.08225	1.08528	1.08831	1.09134	1.09437	1.09740	1.10043	1.10346	1.10649

ТАБЛИЦА X (вторая).

2. Таблица Дитриха для нахождения вѣса кубич. сантиметровъ N въ миллиграм. при давленіи 720—770 миллиметр. ртути и при температурахъ отъ 10 до 25° Цельсія.

Темпер. Цельсія.	М И Л Л И М Е Т Р Ы.							
	756	758	760	762	764	766	768	770
100	1.19122	1.19441	1.19760	1.20079	1.20398	1.21717	1.21036	1.21355
11	1.18603	1.18921	1.19239	1.19557	1.19875	1.20193	1.20511	1.20829
12	1.18077	1.18394	1.18710	1.19027	1.19344	1.19660	1.19977	1.20294
13	1.17558	1.17873	1.18189	1.18505	1.18820	1.19136	1.19452	1.19768
14	1.17032	1.17347	1.17661	1.17976	1.18291	1.18605	1.18920	1.19234
15	1.16500	1.16814	1.17127	1.17440	1.17754	1.18067	1.18381	1.18694
16	1.15969	1.16282	1.16594	1.16906	1.17219	1.17531	1.17844	1.18156
17	1.15429	1.15741	1.16052	1.16363	1.16674	1.16985	1.17297	1.17608
18	1.14886	1.15196	1.15506	1.15816	1.16126	1.16436	1.16746	1.17056
19	1.14340	1.14649	1.14958	1.15267	1.15576	1.15886	1.16195	1.16504
20	1.13791	1.14099	1.14408	1.14716	1.15024	1.15332	1.15640	1.15948
21	1.13236	1.13543	1.13850	1.14157	1.14464	1.14771	1.15078	1.15385
22	1.12675	1.12982	1.13288	1.13594	1.13900	1.14206	1.14512	1.14818
23	1.12106	1.12411	1.12716	1.13021	1.13326	1.13631	1.13936	1.14241
24	1.11532	1.11835	1.12139	1.12443	1.12747	1.13051	1.13355	1.13659
25	1.10952	1.11255	1.11558	1.11861	1.12164	1.12467	1.12770	1.13073

ТАБЛИЦА XI.

Измѣненій въ удѣльн. вѣсахъ азотной к., обусловливаемая присутствіемъ N_2O_4 .

(Отъ найденнаго ареометрически и поправленнаго на температуру уд. вѣса надо отнять число измѣненія, соответствующаго $\% N_2O_4$).

Удѣльный вѣсъ азотной кислоты, какъ исходнаго матеріала: 1,4960

при $\frac{15^0}{4}$ въ безвоздушн. пространствѣ.

Проценты N_2O_4	Измѣненіе уд. вѣса вслѣдствіе содержанія N_2O_4	Проценты N_2O_4	Измѣненіе уд. вѣса вслѣдствіе содержанія N_2O_4	Проценты N_2O_4	Измѣненіе уд. вѣса вслѣдствіе содержанія N_2O_4	Проценты N_2O_4	Измѣненіе уд. вѣса вслѣдствіе содержанія N_2O_4
0.25	0.00050	3.50	0.02165	6.75	0.04475	10.00	0.06600
0.50	0.00075	3.75	0.02350	7.00	0.04650	10.25	0.06815
0.75	0.00150	4.00	0.02525	7.25	0.04720	10.50	0.06975
1.00	0.00300	4.25	0.02690	7.50	0.05000	10.75	0.07135
1.25	0.00475	4.50	0.02875	7.75	0.05165	11.00	0.07300
1.50	0.00675	4.75	0.03050	8.00	0.05325	11.25	0.07450
1.75	0.00775	5.00	0.03225	8.25	0.05500	11.50	0.07600
2.00	0.01050	5.25	0.03365	8.50	0.05660	11.75	0.07750
2.25	0.01250	5.50	0.03600	8.75	0.05825	12.00	0.07850
2.50	0.01425	5.75	0.03775	9.00	0.06000	12.25	0.08050
2.75	0.01625	6.00	0.03950	9.25	0.06160	12.50	0.08200
3.00	0.01800	6.25	0.04175	9.50	0.06325	12.75	0.08350
3.25	0.01985	6.50	0.04300	9.75	0.06500		

ТАБЛИЦА XII.

Поправка къ наблюдаемымъ уд. вѣсамъ для температурныхъ разницъ между 13 и 17° Ц.

Уд. вѣса.	Поправка на ± 10 .	Уд. вѣса.	Поправка на ± 10 .
1.00—1.020	± 0.0001	1.281—1.310	± 0.0010
1.021—1.040	0.0002	1.311—1.350	0.0011
1.041—1.070	0.0003	1.351—1.365	0.0012
1.071—1.100	0.0004	1.366—1.400	0.0013
1.101—1.130	0.0005	1.401—1.435	0.0014
1.131—1.161	0.0006	1.436—1.490	0.0015
1.162—1.200	0.0007	1.491—1.500	0.0016
1.201—1.245	0.0008	1.501—1.520	0.0017
1.246—1.280	0.0009		

