

Badanie środków skażających dla spirytusu

PN
C-205

I. ŚRODKI SKAŻAJĄCE DO SKAŻANIA OGÓLNEGO.

1. Spirytus drzewny (alkohol metylowy).

Z a b a r w i e n i e. Spirytus drzewny nie może być ciemniejszy od roztworu $2\text{ cm}^3\text{ } 1/10$ normalnego roztworu jodu w jednym litrze wody dystylowanej. Dla porównania zabarwienia płynów, używa się cylindrów ze szkła białego z płaskim dnem, o wysokości $17,5\text{ cm}$ i o średnicy 2 cm , posiadających nacięte kreski na wysokości 10 cm od dna. Cylindry należy napełnić należycie płynami do kresek i dla porównania unieszczać w ciemni Kuczerowa. Porównanie skutecznie się nad arkuszami białego papieru.

D y s t y l a c j a. 100 cm^3 spirytusu drzewnego, odmierzonych w temperaturze 15°C , wlewa się do kolby z blachy miedzianej, o grubości ścianek $0,5\text{ mm}$, o średnicy 7 cm , o wysokości do szyjki $7,5\text{ cm}$, z szyjką o wysokości $2,5\text{ cm}$, średnicy dolnej $2,3\text{ cm}$, i średnicy górnej $2,5\text{ cm}$, z dnem kulistym, zlekka spłaszczonym, o pojemności około 200 cm^3 . Kolbę ustawia się na płytce azbestowej z okrągłym wycięciem o takiej średnicy, ażeby po wstawieniu w nią kolba opuszczała się do zrobionego na połowie jej wysokości wypukłego pierścienia. Do szyjki kolby wstawia się deflegmator jednokulkowy o długości 170 mm i średnicy rurki 12 mm . Boczne ramię deflegmatora powinno być umocowane o 25 mm poniżej górnego jego końca i o 55 mm ponad wydęciem kulistym. Średnica kulki deflegmatora: 35 mm . Do górnego otworu deflegmatora wprowadza się termometr z podziałką na 1°C , o skali od $60 - 80^\circ\text{C}$, tak, ażeby zbiornik rtęciowy termometru znajdował się w samym środku kulki deflegmatora. Ramię boczne deflegmatora wprowadza się do chłodnicy szklanej Liebiga z płaszczem do ochładzania wodą, o długości co najmniej 400 mm . Drugi koniec chłodnicy wprowadza się do zgiętego przedłużacza, doprowadzającego skroplony płyn do miarowego cylindra, z korkiem przytartym, o pojemności 100 cm^3 , z podziałką na 1 cm^3 . Podgrzewanie prowadzi się tak, aby w cylindrze skraplało się 5 cm^3 płynu w ciągu 1 minuty. Po podniesieniu się temperatury powyżej 75°C , odstawia się płomień, daje spłynąć reszcie skroplonej cieczy z chłodnicy, odstawia się cylinder miarowy, zakrywa go korkiem przytartym i po doprowadzeniu w ciągu 30 minut do temperatury 15°C , odczytuje się ilość dystylatu. Doświadczenie winno być dokonywane przy ciśnieniu barometrycznym 760 mm . W razie jeśli ciśnienie jest niższe, to przy obniżaniu się ciśnienia o każde 30 mm , od temperatury 75°C odejmuje się po 1°C . Ze 100 cm^3 spirytusu drzewnego powinno się otrzymać co najmniej 90 cm^3 dystylatu.

M i e s z a n i e z w o d ą. Przy mieszanii spirytusu drzewnego z podwójną objętością wody, powinno się otrzymać płyn przezroczysty lub tylko słabo opalizujący. Dla określenia stopnia opalizowania, miesza się w cylindrach ze szkła białego z płaskim dnem, o wysokości $17,5\text{ cm}$ i średnicy 2 cm , 5 cm^3 spirytusu drzewnego z 10 cm^3 wody. Cylindry stawia się do ciemni Kuczerowa. Przez otrzymaną warstwę płynu powinno być umożliwione wyraźne odczytywanie Nr. 1 czcionek Snellena, przy odczytywaniu w 5 minut po zmieszaniu płynów.

P r ó b a n a z a w a r t o ś ć a c e t o n u. a) Próbę wykonywa się w kolbie miarowej z długą szyjką i szklanym korkiem przytartym, o pojemności kulistej części kolby około 43 cm^3 , i ze skalą na szyjce od 50 do 65 cm^3 , z podziałką na $1/5\text{ cm}^3$, przyczem pomiędzy kreskami podziałki winna być zachowana odległość co najmniej 2 mm . Przy badaniu, 20 cm^3 spirytusu drzewnego miesza się z 40 cm^3 roztworu ługu sodowego w wodzie o c. wł. $1,30$ przy 15°C ($27,75\%$) i po dokładnym zmieszaniu, pozostawia 30 minut w spokoju, poczem odczytuje się objętość wydzielonego acetonu. Z 20 cm^3 spirytusu drzewnego winno się oddzielić nie mniej niż 5 cm^3 acetonu.

b) 1 cm^3 spirytusu drzewnego winien wiązać co najmniej $22\text{ cm}^3\text{ } 1:10$ normalnego roztworu jodu. W celu wykonania próby, w 10 cm^3 spirytusu drzewnego pipetuje się do litrowej kolby miarowej, napełnionej do połowy wodą. Zawartość kolby skłóca się i dopełnia wodą do kreski, poczem miesza się bardzo dokładnie. Z roztworu tego pipetuje się 10 cm^3 , dodaje się $10\text{ cm}^3\text{ } 2:1$ normalnego roztworu wodorotlenku potasowego i następnie dolewa się z biurety $50\text{ cm}^3\text{ } 1:10$ normalnego roztworu jodu z taką szybkością, aby całe 50 cm^3 zostało dolane w ciągu 1,5 minuty. Podczas dolewania roztworu jodu, płyn w butelce winien być ciągle mieszany. Mieszaninę pozostawia się w spokoju podczas dalszych 1,5 minuty, zakwasza przez dodanie $21\text{ cm}^3\text{ } 1:1$ normalnego roztworu kwasu siarkowego, a następnie odmiareczkowuje się nadmiar jodu $1:10$ normalnym roztworem tiosiarczynu sodowego. Pod koniec miareczkowania dodaje się 2 krople skrobi, jako wskaźnika. Spirytus drzewny w próbie tej winien wiązać nie mniej niż $22\text{ cm}^3\text{ } 1:10$ normalnego roztworu jodu. Podczas wykonywania próby, temperatura płynów może się wahać pomiędzy 15 i 20°C .

P o c h ł a n i a n i e b r o m u. (Próba na zawartość związków nienasyconych). Roztwór $0,703\text{ g}$ bromu nie powinien się odbarwiać po dodaniu 20 cm^3 spirytusu drzewnego, natomiast powinien się od razu odbarwiać po dodaniu 30 cm^3 spirytusu drzewnego. Temperatura płynu podczas doświadczenia nie powinna przekraczać 20°C , przyczem doświadczenie winno być wykonane w pełnym świetle dziennym. Roztwór soli bromowych przygotowuje się w sposób następu-

jący: bromian potasowy i bromek potasowy poddaje się suszeniu przy 100°C w ciągu 2 godzin. Po oziębieniu w eksykatorze odważa się $8,719\text{ g}$ bromku potasowego i $2,447\text{ g}$ bromianu potasowego. Obie sole rozpuszcza się w litrowej kolbie miarowej w wodzie, dopełnia wodą do kreski i miesza bardzo dokładnie. Do 2 kolb ze szkła białego, o pojemności ok. 200 cm^3 każda, wlewa się po 100 cm^3 roztworu soli bromowych i do każdej dodaje się po 200 cm^3 kwasu siarkowego o c. wł. $1,29$ przy 15°C ($38,03\%$); otrzymane roztwory zawierają po $0,703\text{ g}$ bromu. Następnie z biurety o podziałce $1/10\text{ cm}^3$ dolewa się przy ostrożnem mieszaniu: do jednej kolby 20 cm^3 spirytusu drzewnego, do drugiej — 30 cm^3 spirytusu drzewnego. Szybkość dolewania winna być taka, aby w ciągu minuty wlewało się ok. 10 cm^3 spirytusu drzewnego. Roztwór, do którego dodaje się następnie 20 cm^3 spirytusu drzewnego, winien pozostać barwny, natomiast roztwór, do którego dodaje się 30 cm^3 spirytusu drzewnego, powinien natychmiast tracić barwę.

2. Zasady pirydynowe.

Zabarwienie. Zasady pirydynowe nie mogą być ciemniejsze od roztworu 2 cm^3 $1/10$ normalnego roztworu jodu w jednym litrze wody dystylowanej. Dla porównania zabarwienia płynów, używa się cylindrów ze szkła białego z płaskim dnem, o wysokości $16,5\text{ cm}$ i o średnicy 2 cm , posiadających nacięte kreski na wysokości 10 cm od dna. Cylindry napełnia się płynami do kreski i dla porównania umieszcza w ciemni Kuczerowa. Porównanie uskutecznia się nad arkuszem białego papieru.

Strącanie soli kadmowej. 10 cm^3 zasad pirydynowych rozpuszcza się w kolbie miarowej, litrowej, w wodzie dystylowanej, dopełnia do kreski i miesza dokładnie. Chemicznie czysty chlorek kadmowy przetapia się, w celu pozbawienia wody, i 5 g tak otrzymanego bezwodnego chlorku kadmowego rozpuszcza się w kolbie miarowej o pojemności 100 cm^3 w wodzie dystylowanej, dopełnia do kreski i miesza dokładnie. 10 cm^3 powyższego roztworu zasad pirydynowych zadaje się 5 cm^3 5%-owego roztworu chlorku kadmowego. Mieszanie roztworu skłóca się silnie, poczem z roztworu winien się wkrótce wydzielić wyraźny osad krystaliczny.

Wpływ odczynnika Nesslera. 10 cm^3 1%-owego roztworu zasad pirydynowych, otrzymanego w sposób wskazany w ust. 2, zadaje się 5 cm^3 odczynnika Nesslera. Po skłóceniu roztworu, winien się strącić biały osad.

Dystylacja. 100 cm^3 zasad pirydynowych, odmierzonych przy 15°C , wlewa się do kolby z blachy miedzianej, o grubości ścianek $0,5\text{ mm}$, o średnicy 7 cm i o wysokości do szyjki $7,5\text{ cm}$, z szyjką wysokości $2,5\text{ cm}$, o średnicy dole $2,3\text{ cm}$ i średnicy górnej $2,5\text{ cm}$, z dnem kulistym, zlekka spłaszczonym, o pojemności ok. 200 cm^3 . Kolbę ustawia się na płytce azbestowej z okrągłym wycięciem o takiej średnicy, ażeby po wstawieniu w nią, kolba opuszczała się do wypukłego pierścienia, zrobionego na połowie jej wysokości. Do szyjki kolby wstawia się deflegmator jednokulkowy o długości 170 mm i średnicy rurki 12 mm . Boczne ramię deflegmatora powinno być umocowane o 25 mm poniżej jego końca i o 55 mm ponad wyściem kulistym. Średnica kulki deflegmatora — 35 mm . Do górnego otworu deflegmatora wprowadza się termometr z podziałką na 1°C o skali do 200°C tak, ażeby zbiornik rtęciowy termometru znajdował się w samym środku kulki deflegmatora. Ramię boczne deflegmatora wprowadza się do chłodnicy szklanej Liebiga, z płaszczem chłodzonym wodą, o długości co najmniej 400 mm . Drugi koniec chłodnicy wprowadza się do zgiętego przedłużacza, odprowadzającego skroplony płyn do cylindra miarowego z przytartym korkiem, o pojemności 100 cm^3 , z podziałką na 1 cm^3 . Podgrzewanie prowadzi się tak, aby w cylindrze skraplało się 5 cm^3 płynu w ciągu 1 minuty. Po podniesieniu się temperatury do 140°C odstawia się płomień, daje spłynąć reszcie skroplonej cieczy z chłodnicy, odstawia cylinder miarowy, zakrywa go korkiem przytartym i po 30 minutach doprowadzania do temperatury 15°C odczytuje ilość dystylatu. Jednocześnie podstawia się drugi cylinder miarowy pod przedłużacz i w dalszym ciągu ogrzewa miedzianą kolbę oraz prowadzi się dystylację. Po podniesieniu temperatury termometru do 160°C — odstawia się płomień i po zachowaniu wyżej wyszczególnionych przez pisów ponownie odczytuje ilość dystylatu. Ze 100 cm^3 zasad pirydynowych winno przedystylować: do 140°C co najmniej 50 cm^3 , a do 160°C — co najmniej 90 cm^3 .

Mieszanie z wodą. Przy zmieszaniu zasad pirydynowych z podwójną objętością wody, powinno się otrzymać płyn przezroczysty lub tylko słabo opalizujący. Dla określenia stopnia opalizowania miesza się w cylindrach ze szkła białego z płaskim dnem, o wysokości $17,7\text{ cm}$ i o średnicy 2 cm , 5 cm^3 zasad pirydynowych z 10 cm^3 wody. Cylindry wstawia się do ciemni Kuczerowa. Przez otrzymany sój płynu, przy odczytywaniu po upływie 5 minut po zmieszaniu płynów, powinno być umoliwione wyraźne odczytywanie № 1 czcionek skali Snellena.

Zachowanie wobec ługu sodowego. Do cylindra miarowego z przytartym korkiem szklanym, o objętości 50 cm^3 , z podziałką na $0,5\text{ cm}^3$, wlewa się 20 cm^3 zasad pirydynowych i 20 cm^3 ługu sodowego o c. wł. $1,40$ przy 15°C . Po silnem skłóceniu płynów i półgodzinnem pozostawieniu w spokoju, winna się oddzielić warstwa zasad pirydynowych o objętości co najmniej $18,5\text{ cm}^3$.

Określenie zasadowości. 10 cm^3 zasad pirydynowych rozpuszcza się w kolbie miarowej o pojemności 100 cm^3 , w wodzie dystylowanej, dopełnia do kreski i miesza dokładnie.

10 cm^3 otrzymanego roztworu zasad pirydynowych miareczkuje się normalnym kwasem siarkowym dotąd, dopóki kropla miareczkowego roztworu, wzięta po starannem wymieszaniu i opuszczona na bibułę zabarwioną czerwienią Kongo, nie zabarwi papieru przejściowo na kolor niebieski. Do tej chwili winno być zużyte co najmniej $9,5\text{ cm}^3$ normalnego roztworu kwasu siarko-

wego. Papier zabarwiony czerwienią Kongo otrzymuje się przez zanurzenie pasków bibuły do sączenia w roztworze 1 g czerwieni Kongo w 1 l wody dystylowanej i przez wysuszenie pasków, zawieszonych w tym celu na sznurku.

3. Oleje ketonowe.

Zabarwienie. Oleje ketonowe nie mogą być ciemniejsze od roztworu 6 cm^3 1/10 normalnego roztworu jodu w jednym litrze wody dystylowanej. Do porównania zabarwienia płynów używa się cylindrów ze szkła białego z płaskim dnem, o wysokości $17,5\text{ cm}$ i o średnicy 2 cm , posiadających nacięte kreski na wysokości 10 cm od dna. Cylindry napełnia się płynami do kreski i dla porównania umieszcza się w ciemni Kuczerowa. Porównanie uskutecznia się nad arkuszem białego papieru.

Ciężar właściwy. Ciężar właściwy określa się po uprzednim zabarwieniu olejów ketonowych. Do szklanego cylindra z przytartym korkiem wlewa się oleje ketonowe, dodaje około 10% wagowych wyżarzonego bezwodnego potażu i skłóca w ciągu 10 minut. Ciężar właściwy określa się przy pomocy wagi Westphal'a. Oleje ketonowe powinny wykazywać c. wł. nie wyższy niż $0,850$ przy 15°C .

Zawartość wody. Do cylindra miarowego z przytartym korkiem, o pojemności 250 cm^3 , wlewa się 100 cm^3 olejów ketonowych i dopełnia do 200 cm^3 wodnym roztworem potażu o c. wł. $1,50$ przy 15°C . Płyny te skłóca się silnie w ciągu 3 minut i pozostawia w spokoju do czasu wyraźnego rozdzielenia się dwu warstw i powrotu górnej warstwy do zupełnej przezroczystości. Zmniejszenie się objętości górnej warstwy nie może być większe niż 4 cm^3 .

Rozpuszczalność w spirytusie. Do 100 objętości spirytusu o mocy 92° objętościowych dodaje się 3 objętości olejów ketonowych, miesza i dodaje $136,2$ objętości wody dystylowanej. Po silnem skłóceniu, roztwór w spirytusie, po obniżeniu jego mocy do 40° , nie powinien wykazywać większego zmętnienia, tembardziej nie mogą się z niego wydzielać kropelki oleiste.

Strącanie kwaśnym siarczynem sodowym. Przez nasycony roztwór siarczynu sodowego przepuszcza się, przy ciągłym ochładzaniu, bezwodnik siarkowy do chwili zabarwienia się roztworu na kolor żółty i wydzielenia z niego niepochłoniętego bezwodnika siarkowego. Roztwór tak otrzymany kwaśnego siarczynu sodowego winien wówczas wykazywać c. wł. nie mniejszy, niż $1,36$ przy 15°C .

Do cylindra szklanego z korkiem przytartym wlewa się jednakowe objętościowo ilości olejów ketonowych i kwaśnego siarczynu sodowego, poczem skłóca się silnie zawartość cylindra w ciągu kilku minut, jednocześnie ochładzając mieszaninę lodem.

Po pewnym czasie płyn winien wydzielić białe kryształy w całej swej masie.

Jeśliby jednak nie nastąpiło przy tej próbie wydzielenie kryształów, to w innym naczyniu w podobny sposób miesza się równe objętości roztworu kwaśnego siarczynu sodowego i czystego acetonu, przyczem wydzielają się białe kryształy. Nieznaczna część tych kryształów dodaje się do próby z olejami ketonowymi i skłóca ponownie mieszaninę, poczem musi nastąpić krystalizacja i cała masa próby winna zastygnąć.

Sucha pozostałość. 25 cm^3 olejów ketonowych odparowuje się w parownicy porcelanowej lub platynowej na kąpeli wodnej i pozostałość praży na silnym ogniu. Po wyprażeniu nie powinno nic pozostawać na parownicy.

Dystylacja. 100 cm^3 olejów ketonowych, pozbawionych wilgoci w sposób opisany w ustępie 2, odmierzonych przy 15°C , wlewa się do kolby z blachy miedzianej o grubości ścianek $0,5\text{ mm}$, o średnicy 7 cm , wysokości do szyjki $7,5\text{ mm}$, z szyjką o wysokości $2,5\text{ cm}$, średnicy $2,3\text{ cm}$ i średnicy górnej $2,5\text{ cm}$, z dnem kulistym, zlekka spłaszczonem, o pojemności około 200 cm^3 . Kolbę ustawia się na płytce azbestowej z okrągłym wycięciem o takiej średnicy, ażeby po wstawieniu w nią kolba opuszczała się do wypukłego pierścienia, zrobionego w połowie jej wysokości. Do szyjki kolby wstawia się deflegmator jednokulkowy o długości 170 mm i średnicy rurki 12 mm . Boczne ramię deflegmatora powinno być umocowane o 25 mm poniżej górnego jego końca, i o 55 mm ponad wyścięciem kulistym. Średnica kulki deflegmatora 35 mm . Do górnego otworu deflegmatora wprowadza się termometr z podziałką na 1°C o skali 200°C , tak ażeby zbiornik rtęciowy termometru znajdował się w samym środku deflegmatora. Ramię boczne deflegmatora wprowadza się do chłodnicy szklanej Liebiga z płaszczem chłodzonym wodą, o długości conajmniej 400 mm . Drugi koniec chłodnicy wprowadza się do zgiętego przedłużacza, doprowadzającego skroplony płyn do cylindra miarowego z przytartym korkiem, o pojemności 100 mm^3 , z podziałką na 1 cm^3 . Podgrzewanie prowadzi się tak, aby w cylindrze skraplało się 5 cm^3 płynu w ciągu 1 minuty. Cylinder podstawia się pod przedłużacz po dojściu temperatury do 75°C . Po podniesieniu się temperatury do 140°C , odstawia się płomień, daje spłynąć reszcie skroplonej cieczy z chłodnicy, odstawia cylinder miarowy, zatyka korkiem przytartym i po 30 minutach doprowadzenia do temperatury 15°C odczytuje ilość dystylatu. Jednocześnie podstawia się drugi cylinder miarowy pod przedłużacz, w dalszym ciągu ogrzewa się kolbę miedzianą i prowadzi dystylację. Po podniesieniu się temperatury do 180°C , odstawia się płomień i po zachowaniu wyżej wyszczególnionych przepisów—ponownie odczytuje się ilość dystylatu. Ze 100 cm^3 olejów ketonowych winno przedystylować się do 140°C conajmniej 75 cm^3 i do 180°C —conajmniej 90 cm^3 .

Reakcja olejów ketonowych. Reakcja olejów ketonowych winna być obojętna lub słabo alkaliczna. Badanie uskutecznia się przez pogrążenie do prób olejów ketonowych papierków lakmusowych czerwonego i niebieskiego, uprzednio zwilżonych wodą.

4. Nafta.

Ciężar właściwy. Ciężar właściwy nafty przy 15°C , winien się wahać w granicach 0,79 — 0,80.

Rozpuszczalność w wodzie. Po skłóceniu 20 cm^3 nafty z 25 cm^3 wody w cylindrze miarowym z korkiem przytartym o pojemności 50 cm^3 , powinno się wydzielić po półgodzinnym odstawianiu conajmniej 19 cm^3 warstwy górnej.

Rozpuszczalność w spirytusie. 5 cm^3 nafty przy temperaturze około 20°C winno rozpuścić się klarownie w 100 cm^3 spirytusu o mocy 92° objętościowych.

5. Roztwór barwnika fioletowego.

Roztwór barwnika winien zawierać $0,4\text{ g}$ fioletu krystalicznego w 1 litrze spirytusu metylowego o cechach, odpowiadających normom ustalonym w p. 1.

II. ŚRODKI SKAŻAJĄCE DO SKAŻANIA SPECJALNEGO.

1. Kamfora.

Cechy zewnętrzne. Kamfora powinna mieć wygląd białej krystalicznej masy lub krystalicznego proszku o silnym swoistym zapachu gryząco-palącym i gorzkawym smaku.

Próba na kruchość. Po zamoczeniu w eterze kamfora winna stać się kruchą i dać się łatwo sproszkować.

Rozpuszczalność. Kamfora winna rozpuszczać się łatwo i bez pozostałości w eterze i spirytusie (92°) lub chloroformie, w wodzie zaś w niewielkich ilościach.

Punkt topliwości. Kamfora winna się topić w granicach temperatur od 175 do 180°C .

Próba lotności. $0,5\text{ g}$ sproszkowanej kamfory powinno ulotnić się bez pozostałości przy nagrzewaniu w miseczce porcelanowej.

2. Terpentyna.

Cechy zewnętrzne. Terpentyna jest to ciecz bezbarwna o charakterystycznym zapachu

Ciężar właściwy. Ciężar właściwy terpentyny przy 15°C winien wahać się w granicach od 0,855 do 0,885.

Dystylacja. Przy dystylacji 100 cm^3 terpentyny w sposób podany dla zasad pirydynowych i olejów ketonowych, powinno przejść do dystylatu: do temperatury 150°C nie więcej niż 5 cm^3 i do 175°C , — conajmniej 80 cm^3 .

Rozpuszczalność w wodzie. 20 cm^3 terpentyny, po skłóceniu z 20 cm^3 wody i krótkim odstaniu się, powinno dać górną warstwę conajmniej 19 cm^3 .

3. Eter.

Cechy zewnętrzne. Eter jest to płyn bezbarwny o przyjemnym charakterystycznym zapachu.

Ciężar właściwy. Ciężar właściwy eteru przy 15°C powinien wynosić od 0,720 — 0,735.

Rozpuszczalność w wodzie. 20 cm^3 eteru po skłóceniu z 20 cm^3 wody i krótkim odstaniu się powinno dać górną warstwę conajmniej $16,5\text{ cm}^3$.

4. Olej zwierzęcy.

Cechy zewnętrzne. Olej zwierzęcy jest cieczą o barwie brunatno-czarnej i wstrętnym zapachu.

Dystylacja. Przy dystylowaniu 100 cm^3 oleju zwierzęcego w sposób przepisany dla zasad pirydynowych i olejów ketonowych, powinno przejść do dystylatu: do temperatury 90°C nie więcej niż 5 cm^3 , a do 180°C — conajmniej 50 cm^3 .

Reakcja pyrolova. $2,5\text{ cm}^3$ 1%-go alkoholowego roztworu oleju zwierzęcego rozcieńcza się spirytusem 92° do 100 cm^3 . Gdy do 10 cm^3 tego roztworu, który zawiera 0,025% oleju zwierzęcego, zanurzy się drzazgę sosnową, zwilżoną stężonym kwasem solnym, to po kilku minutach drzazga powinna zabarwić się intensywnie na czerwono.

Zachowanie się wobec sublimatu. 5 cm^3 1%-go roztworu oleju zwierzęcego w spirytusie 92° , zadane 5 cm^3 2%-go roztworu sublimatu w spirytusie 92° , powinny dać natychmiast obfity kłaczkowaty osad. Natomiast 5 cm^3 0,5%-go roztworu oleju zwierzęcego w spirytusie 92° , zadane 5 cm^3 2%-go roztworu sublimatu w spirytusie 92° , powinny spowodować natychmiastowe wyraźne zmętnienie mieszaniny.

5. Chloroform.

Cechy zewnętrzne. Chloroform jest to płyn bezbarwny o charakterystycznym zapachu i słodkawym smaku.

Ciężar właściwy. Ciężar właściwy chloroformu przy 15°C waha się pomiędzy 1,485 i 1,489.

Rozpuszczalność w wodzie. 20 cm^3 chloroformu, skłóconych z 40 cm^3 wody, po odstaniu się powinno dać dolną warstwę conajmniej 19 cm^3 .

Punkt wrzenia. Punkt wrzenia chloroformu leży w granicach około 62°C .

6. Jodoform.

Cechy zewnętrzne. Jodoform jest to krystaliczny cytrynowo-żółty proszek, posiadający przenikliwy zapach.

Lotność. Przy ogrzewaniu na porcelanowej miseczce 1 g jodoformu, powinien on ulotnić się bez pozostałości.

Punkt topliwości jodoformu waha się w granicach od 110 do 120° C.

7. Tymol.

Cechy zewnętrzne. Tymol są to bezbarwne przezroczyste kryształki z zapachem tymianku.

Punkt topliwości. Punkt topliwości tymolu waha się w granicach od 45 do 51° C.

Zachowanie się wobec kwasu siarkowego. Kryształek tymolu, rozpuszczony na zimno w stężonym kwasie siarkowym, daje żółte zabarwienie, które przy nagrzewaniu przechodzi w kolor różowy.

8. Formalina.

Cechy zewnętrzne. Formalina jest to płyn bezbarwny, przezroczysty, o ostrym charakterystycznym zapachu.

Zawartość aldehydu mrówkowego. Formalina powinna zawierać co najmniej 30% aldehydu mrówkowego; po odparowaniu próbki formaliny, w naczyniu pozostaje biały bezpostaciowy osad, nierozpuszczalny w wodzie (trójxymetylen).

Reakcja z azotanem srebra. W 1%-ym roztworze azotanu srebrowego, w obecności amoniaku i kilku kropel formaliny, wytwarza się przy nagrzewaniu srebrne zwierciadło.

Badanie zawartości aldehydu mrówkowego. Do kolbki Erlenmeyera o pojemności 200 cm³, z dobrze dopasowanym korkiem, wlewa się 25 cm³ $\frac{2}{1 \text{ n.}}$ ługu sodowego, taruje się na wadze analitycznej i odważa ściśle 3 g formaliny. Następnie w przeciągu trzech minut dodaje się powoli 50 cm³ dobrej wody utlenionej, zawierającej 3% dwutlenku wodoru i zostawia się co najmniej na 15 minut. Po upływie tego czasu, spłukuje się ściany kolbki i lejek, przez który nalewano wodę utlenioną, i zostawia na dalsze 17 minut. Następnie po przekonaniu się, że zawartość kolbki jest już zupełnie zimna, miareczkuje się $\frac{2}{1 \text{ n.}}$ kwasem siarkowym, stosując lakmus jako wskaźnik. 1 cm³ zużytego ługu sodowego odpowiada 0,06 g formaliny; znalezioną zawartość procentową należy pomnożyć przez ciężar właściwy formaliny.

9. Ester dwuetylowy kwasu fталowego.

Cechy zewnętrzne. Ester dwuetylowy kwasu fталowego winien być płynem bezbarwnym, a najwyżej słabo żółtawym. Jest on bezwon. lub o całkiem słabym, przyjemnym eterycz. zapachu.

Punkt wrzenia. Punkt wrzenia estru dwuetyl. kwasu fталow. waha się między 286° i 293° C.

Ciężar właściwy. Ciężar właściwy estru dwuetylowego kwasu fталowego powinien wynosić 1,120 do 1,130 przy 15° C.

Oznaczenie liczby zmydlenia. 5 g estru dwuetylowego kwasu fталowego rozpuszcza się w 75 cm³ normalnego ługu potasowego, zadaje 20 cm³ spirytusu i w kolbie połączonej z chłodnicą zwrotną, ogrzewa podczas ostrożnego wstrząsania przez mniej więcej 15 minut aż do zupełnego rozpuszczenia się estru. Następnie mieszanie tę utrzymuje się we wrzeniu około pół godziny, poczem dodaje się parę kropel roztworu fenoloftaleiny i miareczkuje nadmiar ługu normalnym kwasem siarkowym aż do odbarwienia się płynu w kolbie. Do tego nie powinno się zużyć więcej jak 2 l i nie mniej niż 29 cm³ normalnego kwasu.

Zachowanie się z roztworem nadmanganianu potasowego. 1 cm³ estru dwuetylowego kwasu fталowego zadajemy 10 cm³ roztworu nadmanganianu potasowego, zawierającego 0,01 g nadmanganianu potasowego w jednym litrze wody; ten roztwór po silnym jednogminutowym wyklóceniu winien jeszcze przez 5 minut zachować barwę różową.

10. Benzyna naftowa.

Cechy zewnętrzne. Benzyna naft. winna zawierać wyłącz. niefluoryzujące części skł. nafty.

Ciężar właściwy. Ciężar wł. benzyny naft. waha się przy 15° C między 0,650 i 0,730.

Dystylacja. 100 cm³ benzyny naft. przy dystyl. w warunkach wskaz. dla zasad pirydyn. i olejów keton. winno dać: do 40° C. nie więcej niż 5 cm³ dystyl., po 110° C. zaś nie mniej, niż 75 cm³.

Rozpuszczalność w wodzie. Po skłóceniu 20 cm³ benzyny naftowej z 20 cm³ wody wydzielona górna warstwa, po półgodzinnym odstaniu, winna zawierać co najmniej 19 cm³.

Rozpuszczalność w spirytusie. 2 cm³ benzyny przy temperaturze nie wyższej nad 20° C winny rozpuszczać się klarownie w 20 cm³ spirytusu 92%-go.

11. Ług sodowy.

Cechy zewnętrzne. Roztwór ługu sodowego 32,5%-go stanowi bezbarwny lub żółtawy przezroczysty płyn, który działa gryząco.

Ciężar właściwy. Ciężar wł. roztworu ługu sod. przy 15° C. powinien wynosić 1,357 (38° Bé).
Miareczkowanie. 1 cm³ ługu sodowego, rozcieńczony 20 cm³ wody i zabarwiony kilku kroplami fenoloftaleiny nie powinien odbarwić się po dodaniu 10 cm³ normalnego kwasu siarkowego, przy ciągłym mieszaniu podczas miareczkowania.

12. Olej rycynowy.

Cechy zewnętrzne. Olej rycynowy powinien posiadać przy ciepłocie pokojowej wygląd gęstego, ciągliwego oleju, barwy jasno-żółtej.

Rozpuszczalność w spirytusie. 5 g oleju rycynowego powinny rozpuszczać się całkowicie w 15 cm³ spirytusu 92%-go przy ciepłocie pokojowej, dając roztwór przezroczysty.

Zawartość kwasu solnego. Mieszanina 5 g oleju rycynowego i 25 cm³ spirytusu 92%-go, z dodatkiem kilku kropeł roztworu spirytusowego fenoloftaleiny, powinna zabarwić się na czerwono po dodaniu nie więcej, niż $5 \text{ cm}^3 \frac{1}{10 \text{ n}}$ ługu potasowego.

13. Szelak.

Cechy zewnętrzne. Szelak przedstawia się, jako żółto-brunatne płatki, lub jako brunatne żywicowate okruchy.

Punkt topliwości. Szelak ogrzany winien topić się w temperaturze około 100° C i wydzielać właściwy sobie przyjemny zapach.

Rozpuszczalność w spirytusie. Roztwór szel. w gorącym spir. winien być zupełnie przezroczysty, po ostyg. zaś tego roztw. mogą się z niego wydzielać męty ciała o charakterze woskowatym.

Rozpuszczalność w eterze. 5 g sproszkowanego szelaku po wylugowaniu eterem winny pozostawić co najmniej 4,5 g części, nierozpuszczalnych w eterze.

Rozpuszczalność w benzynie. 5 g sproszkowanego szelaku po wylugowaniu benzyną naftową winny pozostawić co najmniej 4 g części, nierozpuszczalnych w benzynie.

14. Kalafonja.

Cechy zewnętrzne. Kalafonja winna przedstawiać się, jako żółte lub ciemno-brunatne twarde bryłki, przeświecające na krawędziach, o przełomie szklistym, muszlowym. Kalafonja winna być bezwonna lub o zapachu żywicy.

Rozpuszczalność. 2 g kal. winny się rozpuszczać całk. w 25 cm³ spir. w temp. pokojowej.

Badanie na zawartość żywicy. Kilka okruszków kalafonji, rozpuszczone w 1 cm³ bezwodnika kwasu octowego bez podgrzewania i zadane kilkoma kroplami kwasu siarkowego o ciężarze właściwym 1,53 przy 15° C, zawier. 62 g kwasu siark. w 100 g, winny natychmiast dawać niebieskie lub czerwono-fioletowe zabar., które w krótkim czasie przechodzi w kolor brudno-brunatny.

Oznaczenie liczby zmydlania. 2 g kalafonji odważa się z dokładnością do mg, wysypuje się do kolbki o pojemności 150 cm³ miesza się z $25 \text{ cm}^3 \frac{1}{2 \text{ n}}$ spirytusowego roztworu ługu potasowego. Po zaopatrzeniu kolbki w doszlifowaną dokładnie rurkę zwrotną, ogrzewa się zawartość kolbki na kąpeli wodnej przy częstym mieszaniu przez poruszanie w przeciągu 30 minut. Następnie dodaje się kilka kropeł fenoloftaleiny i miareczkuje gorący jeszcze płyn zapomocą $\frac{1}{2} \text{ n}$ kwasu solnego przy ciągłym mieszaniu. Przedtem określa się miareczkowaniem zużycie tegoż $\frac{1}{2} \text{ n}$ kwasu solnego na 25 cm³ wskazanego powyżej spirytusowego roztworu ługu potasowego. Różnica zużycia kwasu solnego w obydwu wypadkach winna wynosić na 1 g kalafonji nie mniej niż 5 cm³ i nie więcej, niż 6,5 cm³.

15. Chlorek etylu.

Cechy zewnętrzne. Chlorek etylu winien przedstawiać ciecz bezbarwną, ruchliwą, która w temperaturze pokojowej ulatnia się bez pozostałości, pali się zaś płomieniem świecącym o zielonych przeblysłkach.

Punkt wrzenia. Punkt wrzenia winien leżeć w granicach od 12 do 13° C.

16. Bromek etylu.

Cechy zewnętrzne. Bromek etylu winien przedstaw. ciecz bezbarwną o wł. sobie zapachu.

Punkt wrzenia. Punkt wrzenia winien leżeć w granicach temperatury około 40° C.

Ciężar właściwy. Ciężar własc. winien się wahać w granicach od 1,452 do 1,458 przy 15° C

Rozpuszczalność. 20 cm³ bromku etylu, wyklócone z 40 cm³ wody, po oddzieleniu się warstw, powinny dawać dolną warstwę nie mniejszą od 19 cm³.

17. Czerochlorek węgla.

Cechy zewnętrzne. Czerochlorek węgla jest płynem bezbarwnym o właściwym sobie słodkawym smaku.

Ciężar właściwy. Ciężar właściwy przy 15° C waha się od 1,590 do 1,610.

Dystylacja. 100 cm³ czterochloru węgla, poddane dystylacji w warunkach wskazanych dla zasad pirydynowych i olejów ketonowych powinny dawać przy temperaturach: do 75°C — najwyżej 5, a do 80°C — najmniej 90 cm³ dystylatu.

Rozpuszczalność w wodzie. Po skłóceniu 20 cm³ czterochloru węgla z 40 cm³ wody odstaniu się, powinna dolna warstwa płynu wynosić co najmniej 19 cm³.

18. Kwas karbolowy płynny.

Cechy zewnętrzne. Kwas karbolowy płynny jest płynem bezbarwnym lub czerwono-brunatnym o właściwym sobie zapachu. Jest to płyn gryzący.

Ciężar właściwy. Ciężar właściwy kwasu karbolowego płynnego waha się w granicach od 1,066 do 1,071 przy 15°C.

Oznaczenie zawartości czystego fenolu. 1 g kwasu karbolowego płynnego, odważony z dokładnością do 1 mg, rozpuszcza się w kolbie miarowej litrowej w wodzie dystylowanej i kolbę napełnia się wodą do 1 l; 25 cm³ tego roztworu wlewa się do kolby szklanej o pojemności około 250 cm³, zaopatrzonej szczelnie w dotarty korek szklany. Następnie do kolby dodaje się 50 cm³ roztworu soli bromowej, sporządzonego sposobem wskazanym w dziale badania spirytusu drzewnego, i dolewa do kolby, przy silnem jej wstrząsaniu, 3 cm³ kwasu siarkowego o c. wł. 1,84 przy 15°C. Po 15 minutach dodaje się do zawartości kolby 2 g jodku potasowego, ponownie silnie wstrząsa i po 5 minutach odstania miareczkuje się wydzielony jod 1/10 n. roztworem tiosiarczyny sodowej, dodając w końcu nieco roztworu skrobi, jako wskaźnika. Przy miareczkowaniu jodu, aż do odbarwienia, powinno się zużyć najwyżej 4,25 cm³ 1/10 n. roztworu tiosiarczyny sodowej, czyli 17 cm³ tegoż, na 1 g kwasu karbolowego płynnego.

19. Aceton.

Cechy zewnętrzne. Aceton winien być płynem bezbarwnym, przezroczystym, bez mechanicznych zanieczyszczeń.

Ciężar właściwy. C. wł. acetonu może wahać się w granicach od 0,780 do 0,910 przy 15°C.

Zawartość czystego acetonu. Aceton winien zawierać nie mniej niż 97% czystego acetonu. Dla określenia tej zawartości przeprowadza się badanie w sposób następujący: do tarowanej kolby Erlenmeyera o pojemności 200 cm³ nalewa się 20 cm³ wody dystylowanej i waży powtórnie, poczem dodaje się 2 cm³ acetonu i znowu waży. Następnie miesza się dokładnie, dodaje tyle wody dystylowanej, ażeby cała ilość płynu ważyła około 100 g, określa się dokładnie wagę i miesza ponownie. Z kolby tej przelewa się pipetą 2 cm³ płynu do tarowanej kolby objętości 200 cm³ i wraz z nią odważa. Dodaje się następnie do kolby 25 cm³ 1/1 n. roztworu ługu sodowego, miesza się i pozostawia w spokoju w przeciągu 10 minut, poczem dodaje się kroplami 50 cm³ 1/10 n. roztworu jodu, mniej więcej w przeciągu 10 minut, mieszając mocno zawartość kolby. Po dodaniu roztworu jodu zostawia się płyn w spokoju przez 10 — 15 minut, poczem dodaje się 25 cm³ 1/1 n. kwasu siarkowego. Nadmiar jodu określa się zapomocą miareczkowania 1/10 n. roztworem podsiarczyny sodowej, używając krochmal, jako wskaźnik.

Określenie osadu. Osad określa się przez odparowanie na wodnej łaźni do sucha 100 cm³ acetonu; osad nie powinien ważyć więcej, niż 0,01% wagi acetonu.

Rozpuszczalność w wodzie. Aceton winien się rozpuszczać w wodzie w każdym stosunku i dawać przytem płyn przezroczysty.

Określenie kwasowości. Kwasowość określa się zapomocą miareczkowania 1/30 n. ługiem sodowym w obecności fenoloftaleiny. Kwasowość acetonu wyraża się w procencie kwasu octowego i nie powinna być większa, niż 0,01%, w stosunku wagowym.

Dystylacja. Próba dystylacji przeprowadza się ze 100 cm³ acetonu w warunkach wskazanych dla zasad pirydynowych i olejów ketonowych. Szybkość dystylacji — 2 krople dystylatu na sekundę. Pomiędzy 55° i 60° C powinno przechodzić do dystylatu co najmniej 90 cm³.

20. Benzol.

A. Benzol surowy.

Cechy zewnętrzne. Benzol surowy o zawartości 90 — 95% czystego benzolu i 4 — 10% toluolu, ksylolu i t. p., jest płynem bezbarwnym o swoistym słabym zapachu.

Ciężar właściwy. Ciężar właściwy benzolu surowego przy 15°C powinien wahać się w granicach od 0,875 do 0,880.

Rozpuszczalność w wodzie. 20 cm³ benzolu surowego po skłóceniu z 20 cm³ wody i 5-cio minutowem odstaniu się, powinno dać górną warstwę co najmniej 19 cm³.

Dystylacja. Przy dystylacji 100 cm³ benzolu surowego w warunkach wskazanych dla zasad pirydynowych i olejów ketonowych powinny przejść do dystylatu przy temperaturach: do 79°C — nie więcej, niż 1 cm³, zaś od 79° — 100° C nie mniej, niż 90 cm³.

Reakcja z kwasem siarkowym. Po silnem skłóceniu w ciągu 5 minut w probówce z doszlifowanym korkiem 5 cm³ benzolu surowego z 5 cm³ czystego kwasu siarkowego (c. wł. 1,84 przy 15°C) i odstaniu się mieszaniny przez 2 minuty, dolna warstwa winna być zabarwiona na kolor ciemny, nie o większej jednak intensywności zabarwienia, niż roztwór, zawierający 1 g czystego dwuchromianu potasowego w 1 l 50%-owego kwasu siarkowego o c. wł. 1,40 przy 15°C. Porównanie uskutecznia się w ciemni Kuczerowa nad arkuszem białego papieru.

B. Solventnafta 1.

Cechy zewnętrzne. Solventnafta 1 o zawartości 68% ksylołu, 25% kumolu, 5% toluolu, tudzież około 2% zasad pirydynowych, jest płynem o barwie żółtawej i wyraźnym zapachu pirydyny.

Ciężar właściwy. Ciężar wł. Solventnafty 1 przy 15° C winien wyn. 0,880 do 0,885.

Rozpuszczalność w wodzie. 20 cm³ Solventnafty 1, po skłóceniu z 20 cm³ wody i 5-minutowem odstaniu się, powinien dać górną warstwę conajmniej 19 cm³.

Dystylacja. Przy dystylacji 100 cm³ Solventnafty 1, w warunkach wskazanych dla zasad pirydynowych i olejów ketonowych powinny przejść do dystylatu: do temperatury 130°C — nie więcej niż 1 cm³, zaś od 130 do 170° C — co najmniej 90 cm³.

21. Kwas mlekowy.

Cechy zewnętrzne. Kwas mlekowy powinien przedstawiać płyn klarowny, bezbarwny, lub słabo żółty o właściwym sobie zapachu i kwaśnym smaku.

Określenie zawartości kwasu mlekowego. 25 g kwasu mlekowego rozcieńcza się wodą do 100 cm³. Do 10 cm³ tego roztworu dodaje się kilka kropli roztworu fenoloftaleiny i miareczkuje normalnym ługiem sodowym.

Trwałe zabarwienie czerwone powinno następować po dodaniu conajmniej 13 cm³ ługu przy miareczkowaniu roztworu mlekowego 50%-owego, lub 19 cm³ przy miareczkowaniu roztworu kwasu mlekowego 80%-owego.

Reakcja z chlorkiem żelazowym. Do 100 cm³ wody dodaje się 2 krople 20%-go wodnego roztworu chlorku żelazowego i 2 krople 25%-go kwasu solnego. Do 10 cm³ otrzymanego w ten sposób płynu dodaje się 2 — 3 cm³ kwasu mlekowego, poczem powinno się zjawić wkrótce zabarwienie żółto-zielonkawe, aż do zielonego.

Reakcja z azotanem srebra. Do 10 cm³ wody dodaje się 2 — 3 cm³ kwasu mlekowego, oraz 1 cm³ 5%-go roztworu azotanu srebra, przyczem płyn powinien pozostać klarownym, lub wykazywać tylko słabe zmętnienie

Uwaga: Normalne aparaty do badania środków skażających patrz normę C — 206.

Nv. Jnw. 1415

NZB/N 297

Publikacja ze zbiorów Biblioteki Głównej AGH w Krakowie



Biblioteka Główna
AGH w Krakowie



Polskie Normy wydane w latach 1924-1945. Digitalizacja i rozpowszechnienie

projekt dofinansowany ze środków budżetu państwa, przyznanych przez Ministra Nauki w ramach
Programu Społeczna Odpowiedzialność Nauki II - moduł: Wsparcie dla bibliotek naukowych

01.12.2024-30.11.2025

BIBL/SP/0002/2024/02



Ministerstwo Nauki
i Szkolnictwa Wyższego
