

# 染料及中間體的工業分析法

Р. П. 拉斯托夫斯基 著

高 榕 劉鴻勳 祝元和 譯

東北工業出版社

1952年初版

# 染料及中間體的工業 分析法

P. II. 拉斯托夫斯基 著

高 榕 劉鴻勳 祝元和 譯

東北工業出版社

## 染料及中間體的工業分析法

---

著者：P. П. 拉斯托夫斯基

譯者：高榕 劉鴻勳 祝元和

出版：東北工業出版社

印刷：東北畫報社工廠

---

版次：1952年7月初版（3,100冊）

定價：28,000元

Р.П. 拉斯托夫斯基的這本關於染料及中間體的工業分析方法，對於我們的化學工業，特別是染料化學工業具有非常實用的價值。這本書是在我們研究室迫切需要的情況下出版的。譯稿在沒經過技術整理之前已先由車間及實驗室的研究人員所參閱，而且在實際工作中解決了許多具體問題。

本書的譯者因工作崗位比較分散，並且脫稿時間也不一致，但為了急於排印，所以在譯筆及詞句的統一方面做得很差。好在這些缺點還不致影響它的實用價值，因此，為了滿足我們當前的急需，初版本就暫時這樣子問世了。

本書的第一、二、三、四、五、十一、十二、十三、十四及十五諸章由高榕同志翻譯；第六、七、八、九諸章由祝元和同志翻譯；而第十章及附錄一至由劉鴻勳同志協助翻譯的。

本書因出版比較匆忙，所以錯譯及誤植之處一定難免，希望讀者能够隨時指發，以便再版時訂正。

1952年6月 編者

# 目 次

|            |       |
|------------|-------|
| 第二版序言..... | ( 7 ) |
| 緒 言.....   | ( 9 ) |

計算分析結果時用作代替數值的字母及基本公式

## 第一章 通 論..... ( 13 )

|             |        |
|-------------|--------|
| 分析時的取樣..... | ( 13 ) |
| 樣品的保存.....  | ( 14 ) |
| 試紙的製法.....  | ( 14 ) |
| 水分的測定.....  | ( 16 ) |
| 灰分的測定.....  | ( 20 ) |

## 第二章 物理常數的測定..... ( 23 )

|                    |        |
|--------------------|--------|
| 熔 點.....           | ( 23 ) |
| 凝固點.....           | ( 27 ) |
| 沸 點.....           | ( 30 ) |
| 比 重.....           | ( 31 ) |
| 貌似密度.....          | ( 34 ) |
| 應用物理方法於中間體的分析..... | ( 35 ) |

## 第三章 無機原料的分析..... ( 37 )

|               |        |
|---------------|--------|
| 硝 酸.....      | ( 37 ) |
| 鹽 酸.....      | ( 40 ) |
| 硫 酸.....      | ( 43 ) |
| 發烟硫酸.....     | ( 45 ) |
| 苛性鈉 (燒鹼)..... | ( 47 ) |
| 苛 性 鉀.....    | ( 49 ) |

|               |        |
|---------------|--------|
| 氫氧化銨（氨水）      | （ 50 ） |
| 碳酸鈉（純鹼）       | （ 50 ） |
| 亞硝酸鈉（智利硝石）    | （ 52 ） |
| 酸性亞硫酸鈉（亞硫酸氫鈉） | （ 56 ） |
| 硫化鈉（硫化鹼）      | （ 59 ） |
| 白 堊（碳酸鈣）      | （ 62 ） |
| 氯化鋅           | （ 63 ） |
| 鋅 粉           | （ 64 ） |

## 第四章 有機化合物中氮、硫與鹵素

### 的測定 ..... （ 67 ）

|     |        |
|-----|--------|
| 氮   | （ 67 ） |
| 硫 硫 | （ 73 ） |
| 鹵 素 | （ 76 ） |

## 第五章 有機原料的分析 ..... （ 82 ）

|          |         |
|----------|---------|
| 苯，甲苯，二甲苯 | （ 82 ）  |
| 萘        | （ 91 ）  |
| 蔥        | （ 92 ）  |
| 菲        | （ 97 ）  |
| 蔥 醌      | （ 99 ）  |
| 喹 啉      | （ 102 ） |

## 第六章 芳香族鹵素衍生物的分析法 ..... （ 106 ）

|          |         |
|----------|---------|
| 氯化苯      | （ 106 ） |
| 對(位)二氯化苯 | （ 109 ） |
| 氯 萘      | （ 110 ） |
| 氯代甲苯     | （ 112 ） |

## 第七章 芳香族磺酸的分析 ..... （ 115 ）

|                  |         |
|------------------|---------|
| 1. 在芳香族磺酸存在時測定硫酸 | （ 116 ） |
|------------------|---------|

|               |         |
|---------------|---------|
| 2. 苯磺酸的分析     | ( 117 ) |
| 3. 萘磺酸的分析     | ( 118 ) |
| 同分異構的萘磺酸及萘二磺酸 | ( 118 ) |
| 4. 蔥醌磺酸的分析    | ( 122 ) |
| 1-蔥醌磺酸的鉀鹽     | ( 122 ) |
| 1,5-蔥醌二磺酸     | ( 124 ) |

## 第八章 有機酸、酐及氯酐的分析 ( 126 )

|              |         |
|--------------|---------|
| 蟻    酸       | ( 126 ) |
| 醋    酸       | ( 127 ) |
| 苯 甲 酸        | ( 130 ) |
| 醋    酐       | ( 131 ) |
| 丁烯二酐         | ( 133 ) |
| 磷苯二甲酐        | ( 135 ) |
| 氯化乙醯(醋酸氯酐)   | ( 136 ) |
| 氯化苯甲醯(苯甲酸氯酐) | ( 137 ) |

## 第九章 含有氨基的中間體的分析法 ( 139 )

|              |         |
|--------------|---------|
| 1. 重氮化法(第一胺) | ( 139 ) |
| 苯    胺       | ( 145 ) |
| 鹽酸苯胺         | ( 146 ) |
| 鄰(位)甲苯胺      | ( 147 ) |
| 對(位)硝基苯胺     | ( 149 ) |
| 間(位)氨基苯磺酸    | ( 150 ) |
| 鄰(位)氨基安息香酸   | ( 152 ) |
| 對(位)氨基苯酚     | ( 153 ) |
| 鄰(位)乙氧苯胺     | ( 154 ) |
| 對(位)乙氧苯胺     | ( 155 ) |
| 1-萘胺         | ( 155 ) |
| 2-萘胺         | ( 156 ) |
| 含水氨基苯磺酸鹽     | ( 157 ) |
| 克立武氏酸        | ( 159 ) |

|             |         |
|-------------|---------|
| 1-氨基蒽醌      | ( 160 ) |
| 2-氨基蒽醌      | ( 161 ) |
| 鹽酸胺苯胺       | ( 162 ) |
| 磷(位)胺茴胺     | ( 164 ) |
| 鹽酸聯大茴香胺     | ( 164 ) |
| 萘酚-AS       | ( 165 ) |
| 2. 溴量法      | ( 167 ) |
| 直接滴定法       | ( 168 ) |
| 對(位)甲苯胺     | ( 169 ) |
| 間接滴定法       | ( 169 ) |
| 苯 胺         | ( 170 ) |
| 3. 硝化法(第二胺) | ( 171 ) |
| 二 苯 胺       | ( 172 ) |

## 第十章 含羟基及氨基的中间体的分析法 (173)

|             |         |
|-------------|---------|
| 1. 偶 合 法    | ( 173 ) |
| 2-萘酚        | ( 181 ) |
| 1-萘酚        | ( 183 ) |
| 1-萘酚及2-萘酚   | ( 185 ) |
| 薛佛氏酸        | ( 187 ) |
| R-鹽         | ( 188 ) |
| 變 色 酸       | ( 189 ) |
| γ-酸         | ( 190 ) |
| I-酸         | ( 191 ) |
| 萘酚-AS       | ( 192 ) |
| 紅 酸         | ( 193 ) |
| H-酸         | ( 195 ) |
| 芝加哥-SS-酸    | ( 198 ) |
| 2. 苯酚類的分析方法 | ( 199 ) |
| 溴 量 法       | ( 199 ) |
| 苯 酚         | ( 200 ) |
| 苯酚及間(位)苯二酚  | ( 203 ) |

|                        |       |
|------------------------|-------|
| 碘量法                    | (205) |
| 苯酚                     | (205) |
| 2-萘酚                   | (207) |
| 對(位)苯二酚                | (208) |
| 3. 苯二胺的分析法             | (209) |
| 鄰、間及對(位)苯二胺(同分異構物的混合物) | (209) |
| 對(位)苯二胺                | (212) |

## 第十一章 胺類混合物的分析法(第一胺、 第二胺及第三胺) (215)

|                            |       |
|----------------------------|-------|
| 1. 應用偶合及乙醯化法               | (215) |
| 2. 聶留比納氏法                  | (218) |
| 3. 迅速分析法(在胺類混合物中測定第一胺及第三胺) | (222) |
| 4. 量熱法(測定第三胺中的第二胺)         | (224) |

## 第十二章 硝基化合物的分析 (227)

|                      |       |
|----------------------|-------|
| 1. 用三氯化鈦還原硝基化合物法     | (228) |
| 2. 用二氯化錫還原硝基化合物法     | (233) |
| 3. 用鋅粉還原硝基化合物後再行重氮化法 | (235) |
| 硝基苯                  | (235) |
| 間(位)硝基苯磺酸            | (236) |
| 鄰(位)硝基苯甲醚            | (237) |
| 二硝基苯(同分異構物的混合物)      | (238) |
| 間(位)二硝基苯             | (239) |

## 第十三章 亞硝基化合物的分析 (240)

|                      |       |
|----------------------|-------|
| 1. 用鋅粉還原亞硝基化合物然後重氮化法 | (240) |
| 對(位)亞硝基酚             | (240) |
| 2. 碘量法               | (241) |
| 對(位)亞硝基酚             | (241) |
| 3. 用二氯化錫還原亞硝基化合物法    | (243) |

|                 |         |
|-----------------|---------|
| 亞硝基-[2]-萘酚..... | ( 243 ) |
|-----------------|---------|

## 第十四章 硝基氯化苯及

|               |         |
|---------------|---------|
| 硝基氯化酚的分析..... | ( 245 ) |
|---------------|---------|

|                   |         |
|-------------------|---------|
| 鄰(位)硝基氯化苯.....    | ( 245 ) |
| 間位及對(位)硝基氯化苯..... | ( 247 ) |
| 鄰(位)硝基氯化酚.....    | ( 248 ) |
| 二硝基氯化苯.....       | ( 249 ) |

## 第十五章 染料的分析..... ( 251 )

|                      |         |
|----------------------|---------|
| 1. 偶氮染料的分析.....      | ( 251 ) |
| 三氯化鉍溶液滴定法.....       | ( 252 ) |
| 二氯化錫溶液滴定法.....       | ( 253 ) |
| 氨基偶氮苯.....           | ( 255 ) |
| 亮黃染料.....            | ( 256 ) |
| 不溶於水的偶氮染料(有機顏料)..... | ( 257 ) |
| 2. 醌類染料的分析.....      | ( 258 ) |
| 3. 靛藍的分析.....        | ( 259 ) |
| 靛藍染料.....            | ( 259 ) |
| 4. 硫代染料的分析.....      | ( 261 ) |

|                                 |        |
|---------------------------------|--------|
| 附錄 1   Г.Л.阿勃金   分析結果的計算法 ..... | (1—11) |
|---------------------------------|--------|

|                                    |         |
|------------------------------------|---------|
| 附錄 2   本書中所載各種產品的標準及<br>工業規格 ..... | (12—13) |
|------------------------------------|---------|

## 俄文第二版序言

本書為中間體及染料分析的實用手冊，其中所述都是應用於苯胺染料工業中的基本方法。

我們認為將所有已知中間體及染料的分析方法盡行編入是沒有必要的，並決定僅限於最特出的實例的敘述，但這已經包括了最重要及最廣用的中間體及若干染料的分析。

在編寫本書的新版時，我們盡量使其適用於工廠的實驗室。因此，依照本書中所述的方法，實驗人員祇須瞭解有機、無機及分析化學的原理即能掌握苯胺染料工業中所應用的分析方法。

在第二版中已將染色及染料持久性的比色試驗一章除去，因為這個問題在其他書本中已有頗為詳盡的敘述。

本書中所介紹的方法，基本上包括文獻中所敘述的及苯胺染料工業上普遍採用的通行標準及方法。除正文外，尚備有關於進行分析時的技巧、試劑的配製等等補充說明。

為使分析結果的計算簡化起見，根據經驗，在本書中採用Г. Л. 阿勃金的代數法；應用統一的字母意義及寫出簡單的算式以便於實驗室助手之用。在書末所附錄的公式的導出方法，對於實驗室的助手們可能會發生困難，但對實驗室的指導人員及化學者們則決非難事。

第二版中第 I、II、III、IV、V、VI 及 VII 章的補充材料係在作者領導下由 Ц. М. 蓋菲爾(Гелфен)所收集；第 IX、X、XI、XII、XIII 及 XIV 各章的補充材料則由 Т. И. 奧爾洛娃(Орлова)所收集。

本書中尚包括 К. Е. 伏洛希羅夫(Ворошилов)有機中間體及染料科學研究所及染料工業管理局(Главния Пром)以及其他工廠中的工作人員所完成的許多很有興趣的資料。

作者對以上許多同志們的有價值的意見和指示甚為感激，並希望對於第二版中錯差之處不咎賜教。

Р. П. 拉斯托夫斯基



## 緒 言

製造有機染料所用的原料爲芳香烴：苯、甲苯、二甲苯、萘、菲及吡啶等等。

在變成染料以前，這些化合物必須預先經過許多化學反應。

從芳香烴製得有機染料的方法甚爲複雜：先從有機原料製得較複雜的化合物，此種化合物並非染料而是所謂中間體，然後將中間體變爲染料。

中間體與芳香烴原料的不同之點是在於它含有各種不同的替代基。例如硝基( $-\text{NO}_2$ )、氨基( $-\text{NH}_2$ )、羥基( $-\text{OH}$ )、磺酸基( $-\text{SO}_3\text{H}$ )、羧酸基( $-\text{COOH}$ )、鹵素原子( $\text{Cl}, \text{Br}$ )等等。用此種基替代核中的氫原子後，化合物即獲得特有的性質：酸性或鹽基性，並常有較大的反應能力等等。

中間體的分析方法是根據上述各基的特性反應。

例如將化合物核中的氫用氨基替代後（胺類），在許多情形下即可在酸性介質中與亞硝酸鈉起定量反應。因此，大多數的芳香胺（除若干例外），可用 $\text{NaNO}_2$ 溶液滴定以定量之。

核中的氫爲硝基（硝基化合物）或亞硝基（亞硝基化合物）所替代的化合物，在酸中被金屬（例如鋅）還原時通常變爲胺類。大多數均可如此測定之。

許多測定硝基及亞硝基化合物的方法是根據它們能在酸中爲二氯化錫或三氯化鈦還原而成胺類。由所用去的二氯化錫或三氯化鈦便可判定試料中硝基化合物或亞硝基化合物的含量。

含有羧酸基的化合物（羧酸）可用鹼溶液滴定以測定之。同樣也可分析羧酸酐。

核中氫爲羥基所替代的化合物（酚及萘酚）的定量時，常利用其能與重氮化合物起定量反應而生成有色物質。通常用作滴定液的重氮化合物爲氯化重氮苯、氯化對（位）硝基重氮苯或氯化重氮甲苯。

測定芳香族氨基羥基化合物及氨基磺酸等時，也用同樣的方法。

如在苯核中有氨基或羥基存在時，則在此等基的對位或鄰位的氫原子的活動性便大爲增加。此種氫原子可用鹵素原子（例如溴及碘）代替，以便於分析。例如酚的測定就是根據在水溶液中酚與溴起定量反應而生成三溴酚。

若干含硫、氮或鹵素的中間體及染料的分析，是根據測定它們所含上述元素的量。

芳香化合物中硫的定量通常是根據將有機化合物在適當情形下氧化，使含於其中的硫生成硫酸，而硫酸可由重量法測定之。

在工廠實驗室中，有機化合物中的氮常用基爾達爾法測定之。這時有機物中的氮變為氨而可用酸滴定以測定之。

芳香族化合物中鹵素的定量是根據先將其氧化，或用鹼使試料水解而變為離子狀態。然後，通常用福爾加特法測定鹵素。

若干含有偶氮基的有機物，例如偶氮染料，可在適當條件下用二氯化錫或三氯化銻溶液滴定以定量之。這時偶氮基被還原成氨基。

根據以上所述的情形，我們知道在分析有機化合物時，對於方法的選擇是與化合物的特性有關的，而化合物的特性則由其結構以及其中所存在的特性基來決定。

## 計算分析結果時用作代替數值的字母及基本公式

### 字 母 的 意 義

**L**—試料中所含有的需要測定的成分的百分含量；

**E**—毫克當量；

**N**—溶液的法定濃度；

**K**—溶液的法定濃度的校正係數；

**T**—溶液的滴定濃度；

**V**—體積 (ml)；

**m**—重量 (g)；

**A**—原子量；

**M**—分子量；

**P**—氣體的壓力。

用字母代表實在的數值時，常用物質的代表式作為指標，例如：

**E**  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ——硫酸的毫克當量；

**V**  $\text{NaNO}_2$ ——亞硝酸鈉溶液的體積；

**m**  $\text{BaSO}_4$ ——硫酸鋇沉澱的重量；

**m** 檢樣——所試驗的物質的檢樣。

用於若干數值乘積的指標，是表示所有的數值都關於同一物質的。

例如 **KNV<sub>HCl</sub>** 表示所有的數值——校正係數 **K**、法定濃度 **N** 及體積 **V**——都是對鹽酸溶液而言。

### 基 本 公 式

#### I. 用於容量分析中者

(1) 直接滴定全部試樣時，

$$L = 100 - \frac{E \cdot K N V}{m_{\text{檢樣}}} *$$

\* 公式的由來見附錄 I。

其中**L**為試驗產品中需要測定的成分的含量(%)；

**E**為所測定的成分的毫克當量；

**KNV**為滴定液的修正係數、法定濃度及**ml**數；

**m<sub>檢樣</sub>**為所試驗的物質的檢樣。

用吸出法測定時，

$$L = 100 \frac{E \cdot K N V}{m_{\text{檢樣}}} \cdot \frac{V_{\text{量瓶}}}{V_{\text{吸管}}}$$

其中**V<sub>量瓶</sub>**為在其中配製溶液的量瓶的體積；

**V<sub>吸管</sub>**為用它取出溶液以備滴定的吸管的體積。

(2) 滴定過量時，

$$L = 100 \frac{E \cdot K N V' - K N V''}{m_{\text{檢樣}}}$$

其中**V'**為第一滴定液的**ml**數；

**V''**為第二滴定液的**ml**數。

(3) 當滴定若干物質的混合物，而其中除一種以外其他成分的含量皆為已知時，則：

$$L_1 = 100 \frac{E_1 K N V}{m_{\text{檢樣}}} \cdot \frac{V_{\text{量瓶}}}{V_{\text{吸管}}} - \frac{E_1}{E_2} L_2 - \frac{E_1}{E_3} L_3 \dots \dots$$

其中**L<sub>1</sub>**、**L<sub>2</sub>**、**L<sub>3</sub>**……為第一、第二、第三等成分的含量(%)；

**E<sub>1</sub>**、**E<sub>2</sub>**、**E<sub>3</sub>**……為所測定的成分的毫克當量。

## II. 用於重量分析中者

$$L = 100 \frac{a M}{b M_{\text{重量形式}}} \cdot \frac{m_{\text{重量形式}}}{m_{\text{檢樣}}}$$

其中**M**為所測定的成分的分子量；

**a**及**b**為化學反應式或化學計算式中的係數。

# 第一章 通 論

## 分析時的取樣

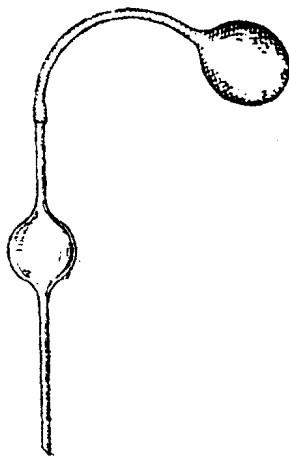
製造中間體及有機染料時，用作原料的有機及無機物質通常為含有各種雜質的工業品。

欲測定工廠所購進的原料的質量，必須選擇樣品進行分析。選擇樣品時的規則係在所需分析的原料的規格中制定。如果原料是桶裝的（桶，包等等），則從每一部分取出一定數量的桶（桶，包等），再從其中取出與蘇聯國家標準符合的一定數量的物質。細粉狀固體的樣品或糊狀的樣品須用特殊器械——採針——取出。採針通常為一金屬管（所用材料須符合蘇聯國家標準），一端尖銳而另一端則裝有把手（圖1），管子上全長的多開有縱溝。用採針從三處取樣，即包裝的上部，中部及底部；取樣時將採針小心伸入原料中，然後取出。

如原料為塊狀則從桶的各部分取出樣品。液體則用連有橡皮球的玻璃管或吸管取出。如果原料係裝於儲槽中，則從每一槽的各部分：通常為面上、中間及底部取樣。所取物質的量須與標準符合。



第一圖  
採 針



第二圖  
吸 管 與 氣 球