

1991

693.
M2

ТЕХНИЧЕСКІЙ АНАЛИЗЪ

КАМЕННЫХЪ

СТРОИТЕЛЬНЫХЪ МАТЕРІАЛОВЪ.

ДЛЯ НИКОЛАЕВСКОЙ ИНЖЕНЕРНОЙ АКАДЕМІИ.

39162

Составиль И. МАЛЮГА.

Ч. I. Общая

съ 12 таблицами чертежей.

С.-Петербургъ.

Товарищество „Печатня С. П. Яковлева“. 2-я Рождеств. ул., д. № 7.
1902.

1975

к

Настоящій курсъ назначается служить пособіемъ при практическихъ занятіяхъ слушателей Николаевской Инженерной Академіи, а также при практическихъ изслѣдованіяхъ, представляющихся для инженеровъ-строителей.

Къ каменнымъ строительнымъ матеріаламъ относятся.

1) Естественные и искусственные строительные камни (естественные камни, глиняные строительные матеріалы и другіе искусственные камни) и

2) Вяжущія вещества (воздушные, гидравлическіе, гипсовые, асфальтовые растворы и другія вяжущія вещества).

Для удобства пользованія курсомъ (избѣжанія повтореній) онъ раздѣляется на двѣ половины. Въ первой половинѣ (общей) излагаются тѣ изслѣдованія, которыя имѣютъ болѣе общее значеніе для всѣхъ матеріаловъ; во второй же (спеціальной) излагаются частные способы изслѣдованія отдѣльныхъ строительныхъ матеріаловъ; причемъ относительно общихъ способовъ изслѣдованія дѣлаются ссылки на первую половину курса.

Въ настоящемъ курсѣ излагаются техническія свойства и способы изслѣдованій какъ готовыхъ строительныхъ матеріаловъ (издѣлій, продуктовъ), такъ и тѣхъ сырыхъ матеріаловъ (въ природномъ видѣ), которые служатъ для ихъ приготовленія.

Имѣя въ виду практическое назначеніе курса, здѣсь будутъ помѣщены только наиболѣе употребительные техническіе способы изслѣдованій, но съ возможной полнотой относительно приѣмовъ.

ЧАСТЬ ПЕРВАЯ

(ОБЩАЯ).

СОДЕРЖАНИЕ ОБЩЕЙ ЧАСТИ:

Отд. I. Техно-химическій анализъ (силикатовъ).

Отд. II. Опредѣленіе физическихъ (и механическихъ) свойствъ строительныхъ матеріаловъ.

ОТДѢЛЪ I.

(Техно-химическій анализъ).

Анализъ силикатовъ.

Такъ какъ анализъ силикатовъ въ настоящемъ курсѣ имѣетъ довольно общее значеніе и многіе другіе анализы (естеств. камней, глинъ, мергелей) представляютъ лишь частные случаи анализа силикатовъ, то этотъ анализъ и помѣщается въ общей части курса.

Содержаніе I отдѣла.

- А) Важнѣйшія манипуляціи (примѣняемыя при техно-химическомъ анализѣ), реактивы и атомные вѣса.
- Б) Предварительныя качественныя испытанія силикатовъ.
- В) Общій ходъ количественнаго анализа силикатовъ.
- Г) Частныя опредѣленія (тѣхъ составныхъ частей силиката, которыя не открываются при общемъ ходѣ анализа).

А. Важнѣйшія манипуляціи и реактивы.

Къ важнѣйшимъ манипуляціямъ при химическомъ анализѣ относятся: взвѣшиваніе, раствореніе, осажденіе, фильтрованіе, выпариваніе, высушиваніе и прокаливаніе. Первую же манипуляцію составляетъ, конечно, выборъ и подготовка пробы для анализа.

а) Выборъ и подготовка пробы для анализа. При выборѣ пробы для анализа нужно имѣть въ виду два условія: 1) что-

бы проба выражала собою *средний* составъ того матеріала, который подвергается изслѣдованію, и 2) чтобы въ пробу не входили *постороннія* вещества, которыя не предполагается утилизировать для данной цѣли. Въ особенности бываетъ затруднителенъ выборъ пробы изъ природнаго матеріала (напримѣръ строительной породы) вслѣдствіе видимаго разнообразія въ составѣ различныхъ частей породы. Въ этомъ случаѣ прежде всего слѣдуетъ рѣшить вопросъ, какія части породы (или какіе пласты) подвергать изслѣдованію, затѣмъ — разсматривать ли выбранныя для изслѣдованія части породы какъ однородный матеріалъ, изъ котораго достаточно взять одну среднюю пробу, или же взять отдѣльныя пробы для анализа изъ различныхъ частей породы. Для выбора *средней пробы* берутъ матеріалъ изъ различныхъ мѣстъ, сваливаютъ въ кучу, грубо измельчаютъ и перемѣшиваютъ. Затѣмъ изъ различныхъ мѣстъ этой кучи берутъ матеріалъ для образованія меньшей кучи, которую еще болѣе измельчаютъ и перемѣшиваютъ. Эту манипуляцію продолжаютъ до тѣхъ поръ, пока не дойдутъ до размѣра пробы, необходимой для анализа *).

Очевидно, чѣмъ больше было взято изъ породы пробъ для образованія первой кучи и чѣмъ больше было послѣдовательныхъ измельченій и перемѣшиваній матеріала, тѣмъ болѣе составъ выбраннаго для анализа образца будетъ соответствовать среднему составу породы.

Потребный размѣръ пробы для изслѣдованія зависитъ отъ рода этого изслѣдованія. Для производства химическаго анализа достаточно бываетъ около 20 грам. вещества; для опредѣленія физическихъ свойствъ матеріала потребно нѣсколько сотъ граммовъ, для другихъ техническихъ изслѣдованій — еще болѣе (напримѣръ для полного технического испытанія портландскаго цемента требуется до 10 килограммъ этого вещества).

Дальнѣйшая подготовка пробы для анализа состоитъ въ *измельченіи* этой пробы, а иногда также — въ удаленіи нѣко-

*) О выборѣ пробы въ другихъ (частныхъ) случаяхъ будетъ сказано въ специальной части курса.

торыхъ постороннихъ примѣсей, не подвергающихся изслѣдованію. Это удаленіе производится по способамъ: отдѣленія отъ руки, механическаго отдѣленія, отмучиванія, отдѣленія магнитомъ и пр.; объ этихъ способахъ отдѣленія будетъ рѣчь во второй (спеціальной) части курса. Способъ же и степень измельченія пробы зависятъ отъ физическихъ свойствъ матеріала и предполагаемаго рода его изслѣдованія. Не особенно твердые матеріалы (многіе известняки, глины) могутъ быть измельчены въ фарфоровой ступкѣ, болѣе твердые предварительно раздробляются (обернувъ въ бумагу) при помощи молотка и затѣмъ измельчаются въ стальной ступкѣ.

Измельченіе очень твердыхъ веществъ удобно производить въ стальной ступкѣ Абиха—цилиндрической, разъемной, въ которой измельченіе производится ударами молотка по цилиндрическому стержню-пестикѣ. При измельченіи такихъ веществъ (огнеупорныхъ глинъ, каолиновъ), въ которыхъ очень точно производится опредѣленіе содержанія желѣза, употребленіе желѣзныхъ приборовъ не допускается.

При подготовкѣ пробы для нѣкоторыхъ манипуляцій (растворенія, сплавленія) требуется очень тонкое измельченіе вещества, которое достигается растираніемъ его въ агатовой ступкѣ (на ощупь между пальцами не должно замѣчаться крупинокъ). Измельченіе ускоряется, если производить его небольшими порціями и отсѣивать готовый порошокъ отъ не вполне измельченныхъ крупинокъ (при помощи волосяного или шелковаго сита); но при этомъ нужно доводить измельченіе до конца, такъ какъ неполнѣе измельченная часть можетъ сильно отличаться по составу отъ болѣе мелкаго порошка.

б) Взвѣшиваніе и измѣреніе. *Взвѣшиваніе* при техно-химическомъ анализѣ производится на такъ называемыхъ „химическихъ“ вѣсахъ, *чувствительность* которыхъ вполне достаточна, если они обнаруживаютъ избытокъ груза въ $\frac{1}{10}$ миллигр. при наибольшей нагрузкѣ чашекъ въ 100 грам.

Для предварительныхъ и нѣкоторыхъ провѣрочныхъ (заводскихъ) анализовъ достаточны бывають такъ называемые „аптекарскіе“ вѣсы съ чувствительностью до $\frac{1}{2}$ сантигр.

Для физических опредѣленій (объемныхъ и удѣльныхъ вѣсовъ, калиброванія колбъ и пр.) въ большихъ лабораторіяхъ употребляются такъ называемые „техническіе“ вѣсы, для максимальнаго груза въ 2—5 килогр., при чувствительности въ $\frac{1}{2}$ сантимгр. Для механическихъ испытаній наиболѣе удобны вѣсы Роберваля для груза до 2—5 килогр. при чувствительности въ $\frac{1}{10}$ — $\frac{1}{2}$ грам.

Къ обыкновеннымъ химическимъ вѣсамъ прилагаются разновѣски отъ 100 гр. до 1 сантимгр. (въ такомъ порядкѣ: 100; 50; 20; 10; 10; 5; 2; 1; 1; 1; 0,5; 0,2; 0,1; 0,1; 0,05; 0,02; 0,01; 0,01); меньшія же нагрузки получаютъ передвиженіемъ по коромыслу вѣсовъ (раздѣленному на 10 и на 100 частей) „рейтера“ вѣсомъ въ 1 сантимгр.

Нѣтъ особенной надобности добиваться, чтобы стрѣлка вѣсовъ при отсутствіи груза на чашкахъ (или при равныхъ нагрузкахъ) давала одинаковыя отклоненія; достаточно, если равенство отклоненій достигается всегда однимъ и тѣмъ же избыткомъ груза, каковы бы ни были нагрузки на чашкахъ; этимъ и обнаруживается достаточная *вѣрность* вѣсовъ. Точно также нѣтъ надобности, чтобы разновѣски выражали собою абсолютные вѣса (т. е., чтобы 1 граммъ равнялся вѣсу 1 куб. сант. воды); достаточно, чтобы относительные вѣса ихъ были равны *); въ этомъ смыслѣ и производится *провѣрка разновѣсокъ*.

Для полученія правильныхъ результатовъ при взвѣшиваніи необходимо, чтобы вѣсы не подвергались сотрясеніямъ (напр., помѣщаясь на кронштейнахъ, задѣланныхъ въ капитальную стѣну), воздушнымъ теченіемъ (помѣщаясь въ шкапчикъ со стеклянными стѣнками и дверцами) и неравномѣрному нагрѣванію (обѣ чашки вѣсовъ должны имѣть одинаковую температуру).

Вѣсы правильно устанавливаются при помощи уровня или отвѣса и въ продолженіе анализа не должны передвигаться.

Правила при взвѣшиваніи:

1) Взвѣшиваемые грузы и разновѣски должно постоянно

*) Исключеніе можетъ встрѣтиться при провѣркѣ мѣрительныхъ приборовъ (см. ниже).

класть на однѣ и тѣ же чашки вѣсовъ (напр. грузы на лѣвую и разновѣски на правую).

2) Разновѣски нужно класть въ послѣдовательномъ порядкѣ (не стараясь перескакивать черезъ нѣсколько разновѣсокъ); причемъ, при перемѣнѣ разновѣсокъ, слѣдуетъ всякій разъ аретировать коромысло и чашки (т. е. останавливать ихъ при помощи имѣющагося въ вѣсахъ приспособленія). Передвиганіе рейтера по коромыслу производится при закрытыхъ дверцахъ вѣсовъ (и при аретированномъ коромыслѣ).

3) Въ нѣкоторыхъ случаяхъ (напр. для приготовленія титрованного раствора) требуется отвѣшивать определенное количество вещества. Вообще же проще производится взвѣшиваніе, если не задаваться (напередъ) определеннымъ вѣсомъ вещества для анализа (придерживаясь лишь приблизительно рекомендуемой въ курсѣ навѣски); причемъ вѣсъ опредѣляется по разности, взвѣшивая сосудъ съ веществомъ и безъ него.

4) При перемѣнѣ разновѣсокъ, а также для полученія окончательнаго результата взвѣшиванія нѣтъ надобности ожидать полного успокоенія коромысла, а достаточно наблюдать, въ какую сторону происходитъ наибольшее отклоненіе стрѣлки; причемъ взвѣшиваніе продолжаютъ до тѣхъ поръ, пока разность между двумя послѣдовательными нагрузками будетъ менѣе требуемой точности взвѣшиванія (напр. менѣе $\frac{1}{10}$ миллигр.).

При очень малой разницѣ между нагрузками чашекъ (слѣдовательно, къ концу взвѣшиванія) трудно бываетъ по одному качанію стрѣлки опредѣлить, въ какую сторону происходитъ бѣльшее отклоненіе (такъ какъ эти отклоненія постепенно уменьшаются), а потому слѣдуетъ замѣтить три послѣдовательныхъ качанія (напр. влѣво, вправо, влѣво), изъ перваго и третьяго взять среднее и сравнить со вторымъ.

5) По окончаніи взвѣшиванія слѣдуетъ записать разновѣски, находящіяся на чашкѣ вѣсовъ (и положеніе рейтера на коромыслѣ); затѣмъ, кладя разновѣски по порядку въ ящики, провѣряютъ записанное число.

6) Взвѣшиваемое вещество должно находиться въ закры-

томъ сосудѣ (въ цилиндрѣ для взвѣшиваній, между часовыми стеклами, въ закрытомъ тиглѣ и пр.) для избѣжанія измѣненія въ немъ влажности. При взвѣшиваніи вещества въ тиглѣ послѣ прокаливанія или нагрѣванія обязательно передъ взвѣшиваніемъ охладить тигель въ эксикаторѣ.

При точныхъ опредѣленіяхъ слѣдуетъ принимать также во вниманіе потерю вѣса веществомъ (сосудами, разновѣсками) при взвѣшиваніи его въ воздухѣ. Принимая удѣльные вѣса для воздуха—0,0012 (при комнатной температурѣ и средней влажности), латуни (разновѣски)—8,5, стекла (сосуды)—2,5, платины (тигли)—21, силиката (взвѣшиваемое вещество)—2,5, найдемъ, что на каждый граммъ полученнаго вѣса силиката (а также стекляннаго сосуда) нужно прибавлять 0,34 миллигр., а на каждый граммъ платиноваго сосуда нужно отнимать 0,08 миллигр. Такъ какъ болѣе крупныя разновѣски состоятъ изъ одного матеріала (латуни) и взвѣшиваніе производится по разности (исключается вліяніе разновѣсокъ и сосуда), то при обыкновенномъ техникохимическомъ анализѣ вліяніемъ потери вѣса вещества въ воздухѣ можно пренебречь.

*Измѣреніе (жидкостей) *)* при техническомъ анализѣ встрѣчается при объемномъ (титрованномъ) способѣ анализа, а также—когда требуется раздѣлить растворъ на нѣсколько частей, чтобы изъ одной порціи вещества произвести нѣсколько параллельныхъ опредѣленій. Методъ измѣренія, уступая методу взвѣшиванія по точности, имѣетъ передъ нимъ преимущество въ скорости работы.

Измѣреніе жидкостей производится при помощи пипетокъ, бюретокъ и измѣрительныхъ (литрованныхъ) колбъ. Для точности измѣренія требуется, чтобы опытъ производился при той же температурѣ, при которой устанавливался объемъ прибора (эта температура обыкновенно отмѣчается на самомъ приборѣ).

Такъ какъ при техническомъ анализѣ намъ нужно знать не абсолютные объемы жидкостей, а относительные, то достаточно, чтобы во время производства измѣреній температура жидкости (и воздуха) оставалась постоянной.

*) Объ измѣреніи твердыхъ (и порошкообразныхъ) тѣлъ см. отд. 2-й (опредѣленіе объемнаго вѣса).

Наиболѣе точное измѣреніе производится при помощи *пипетки* съ постояннымъ объемомъ (фиг. 1-я). Жидкость всасываютъ въ пипетку нѣсколько выше черты, закрываютъ (влажнымъ) пальцемъ верхнее отверстіе и осторожно спускаютъ уровень жидкости до черты; затѣмъ спускаютъ жидкость въ пріемный сосудъ, приставляя конецъ пипетки къ стѣнкѣ этого сосуда.

Такъ какъ объемъ пипетки устанавливается «на выливаніе», но нужно, чтобы количество жидкости, смачивающее стѣнки пипетки послѣ ея опорожненія, было всегда постоянно. Для достиженія этого условія требуется: 1) чтобы скорость вытеканія жидкости (зависящая отъ размѣра выпускнаго отверстія) была не велика (продолжительность вытеканія при 100 куб. сант. не менѣе одной минуты), 2) чтобы вытекающая жидкость не задерживалась у выпускнаго отверстія (при выпусканіи жидкости нужно конецъ пипетки приставлять къ стѣнкѣ пріемнаго сосуда) и 3) внутренность пипетки не должна быть покрыта жирными веществами (удаленіе ихъ производится промываніемъ пипетки щелочью и водой, или—еще дѣйствительнѣе—крѣпкой сѣрной кислотой съ двуххромокалиевой солью и затѣмъ водой).

Имѣя дѣло съ ѣдкой или ядовитой жидкостью, нужно остерегаться попаданія ея въ ротъ; въ этомъ случаѣ слѣдуетъ выбирать пипетки съ длинной трубкой.

Еще безопаснѣе производить всасываніе жидкости при помощи предварительно сжатого каучуковаго шара, трубка котораго, надѣваемая на пипетку, снабжена зажимомъ; но этотъ способъ нѣсколько кропотливъ. Въ продажѣ можно найти пипетки, снабженныя выше мѣтки шарообразнымъ расширеніемъ, предупреждающимъ перебрасываніе жидкости въ ротъ.

Для провѣрки объема пипетки выпускаютъ изъ нея воду въ стеклянку для взвѣшиваній и опредѣляютъ вѣсъ воды. Нужно замѣтить, что, по предложенію Мора, объемы измѣрительныхъ приборовъ часто устанавливаются по отношенію къ объему воды при $17\frac{1}{2}^{\circ}$ С. (а не при 4° С.); въ этомъ случаѣ, если температура при наполненіи пипетки равнялась $17\frac{1}{2}^{\circ}$ С., то полученное при взвѣшиваніи число граммовъ выразитъ объемъ пипетки въ куб. сан. (если температура была другая, то дѣлается поправка по нижепомѣщаемой таблицѣ). Если же желаютъ объемъ пипетки выразить въ

абсолютныхъ единицахъ (относительно объема воды при 4°C), то полученное при взвѣшиваніи число нужно помножить на соответствующее температурѣ опыта число изъ слѣдующей таблицы:

Температ. $^{\circ}\text{C}$.	4°	5°	$7\frac{1}{2}^{\circ}$	10°	$12\frac{1}{2}^{\circ}$	15°
Объемъ воды:	1,000000	1,000008	1,000095	1,000269	1,000530	1,000867
Температ. $^{\circ}\text{C}$.	$17\frac{1}{2}^{\circ}$	20°	$22\frac{1}{2}^{\circ}$	25°	$27\frac{1}{2}^{\circ}$	30°
Объемъ воды:	1,001288	1,001768	1,002321	1,002935	0,003630	1,004346

Въ этомъ послѣднемъ случаѣ установленія объема сосуда по вѣсу слѣдуетъ пользоваться разновѣсками, провѣренными по „нормальнымъ“ и лучше всего примѣнять способъ „двойного взвѣшиванія“, уравновѣшивая взвѣшиваемый сосудъ при помощи дроби и затѣмъ кладя вмѣсто сосуда провѣренныя разновѣски.

Для выпускающаго произвольнаго количества жидкости (при титрованіи) употребляютъ *бюретки* (фиг. 2-я). На трубкѣ бюретки отмѣчаются десятины части кубическаго сантим. Размѣръ бюретки отъ 30 до 50 куб. сантим. Выпусканіе жидкости производится обыкновенно при помощи зажима Мора, который устраивается такимъ образомъ, что на выпускной конецъ бюретки надѣвается кусокъ каучуковой трубки, зажимаемый пружиннымъ зажимомъ, а въ выходное отверстіе каучука вставляется стеклянная трубочка съ узкимъ отверстіемъ *). При относительно большомъ діаметрѣ бюретки весьма важно точно опредѣлять положеніе уровня жидкости. Водный растворъ имѣетъ вогнутый менискъ, и положеніе уровня точнее всего опредѣляется по нижней части мениска. Для правильности отсчета требуется также, чтобы глазъ находился на одномъ горизонтальномъ уровнѣ съ менискомъ.

Чтобы легче видѣть положеніе мениска и дѣленія бюретки, послѣднюю нужно ставить противъ окна. Еще легче производится отсчетъ, если опустить въ жидкость стеклянный поплавочекъ, по окружности котораго проведена черта, служащая искусственнымъ уровнемъ жидкости **).

*) Для жидкостей, взаимодействующихъ съ органическими веществами (каучукомъ), примѣняется бюретка Гей-Люссака (фиг. 3-я), или бюретка со стекляннымъ краномъ.

**) Впрочемъ, при точныхъ анализахъ примѣненіе поплавка не рекомендуется, такъ какъ между нимъ и стѣнкой бюретки происходитъ капиллярное поднятіе жидкости.

Бюретка также градуируется „на выливаніе“, а потому передъ окончательнымъ отсчетомъ уровня нужно дать время стечь со стѣнокъ излишней жидкости.

Для полученія раствора опредѣленной концентраціи (напр. при титрованномъ анализѣ), а также при разбавленіи раствора до опредѣленнаго объема—употребляется *измѣрительная колба* (фиг. 4-я), имѣющая на шейкѣ круговую черту (объемъ колбы и температура, при которой онъ опредѣленъ, обозначаются на колбѣ). Такъ какъ колбы градуируются „на вливаніе“, то при употребленіи всего объема жидкости, обозначеннаго на колбѣ, нужно смыть также оставшуюся въ колбѣ жидкость, смачивающую ея стѣнки.

При наполненіи колбы до черты разбавленіемъ раствора водой, наибольшее затрудненіе представляетъ перемѣшиваніе жидкости въ колбѣ вслѣдствіе относительной узкости ея шейки. Для ускоренія перемѣшиванія колбу нужно наполнять постепенно при повторенномъ взбалтываніи жидкости; наполнивъ колбу до черты, затыкаютъ отверстіе пробкой и продолжаютъ перемѣшиваніе жидкости многократнымъ опрокидываніемъ колбы, и все же перемѣшиваніе производится довольно медленно, такъ какъ надъ жидкостью имѣется малый объемъ воздуха. Для увеличенія этого объема снабжаютъ колбу поверхъ мѣтки шарообразнымъ расширеніемъ; такія колбы можно найти въ продажѣ.

Провѣрка объема измѣрительной колбы производится взвѣшиваніемъ пустой (высушенной) колбы и наполненной до черты дистиллированной водой (при опредѣленной температурѣ,—см. выше: провѣрка объема пипетки).

Передъ употребленіемъ измѣрительныхъ приборовъ (пипетокъ, бюретокъ, колбъ) они должны быть промыты и затѣмъ высушены. Если приборъ назначается для отмѣриванія жидкости уже установленной концентраціи (напр. бюретка при титрованіи), то достаточно бываетъ раза два сполоснуть его этой же самой жидкостью.

Высушиваніе измѣрительныхъ приборовъ производится крайне медленно, такъ какъ нагрѣваніе даже до 100° С. не допускается. Ускоряется высушиваніе продуваніемъ черезъ приборъ воздуха при слабомъ нагрѣваніи. Очень быстро достигается высушиваніе прибора, если, послѣ воды, сполоснуть

его спиртомъ, затѣмъ—эфиромъ и наконецъ продуть черезъ приборъ воздухъ.

в) Раствореніе и разложеніе (мокрымъ путемъ) можетъ производиться при помощи воды, кислотъ или щелочей (ѣдкихъ и углекислыхъ); причемъ разложеніе кислотами представляетъ одинъ изъ употребительныхъ путей при анализѣ силикатовъ. Если это разложеніе производится при обыкновенной температурѣ, или при слабомъ нагреваніи (на водяной банѣ), то удобно пользоваться колбой или стеклянкой Эрленмейера (колба съ плоскимъ широкимъ дномъ), въ особенности при выдѣленіи газовъ (для избѣжанія въ этомъ случаѣ разбрызгиванія колбу слѣдуетъ держать въ наклонномъ положеніи). Если же требуется болѣе сильное нагреваніе и выпариваніе досуха, а также если при разложеніи выдѣляются вещества, прилипающія къ стѣнкамъ сосуда (напр. при разложеніи силикатовъ), то удобнѣе производить эту манипуляцію въ фарфоровой (или платиновой) чашкѣ; причемъ удобно перемѣшивать (стеклянной палочкой или платиновымъ шпателемъ) и растирать вещество для ускоренія разложенія. Для избѣжанія же въ этомъ случаѣ разбрызгиванія (во время выдѣленія газовъ) чашка закрывается часовымъ стекломъ, съ котораго осѣвшія на немъ капли смываются затѣмъ при помощи промывалки въ чашку. При нагреваніи же со щелочами вообще слѣдуетъ избѣгать стеклянныхъ сосудовъ, такъ какъ щелочи въ этихъ условіяхъ замѣтно дѣйствуютъ на стекло *).

Степень концентраціи кислоты (или щелочи) зависитъ обыкновенно отъ природы того вещества, которое подвергается разложенію; если же въ этомъ отношеніи представляется выборъ, то можно руководствоваться слѣдующими соображеніями. Чтобы избѣжать потери раствора (разбрызгиваніемъ), слѣдуетъ избѣгать бурныхъ реакцій, въ особенности при выдѣленіи газовъ (напр. углекислоты), а потому предпочтительнѣе дѣйствовать слабымъ растворомъ кислоты; но

*) Для нагреванія съ ѣдкими щелочами рекомендуются серебряные сосуды (чашки, тигли).

въ тѣхъ случаяхъ, когда опасаются получить слишкомъ разбавленный растворъ (который впослѣдствіи приходится выпаривать) и при дѣйствіи кислотой на уже разбавленный растворъ—употребляютъ концентрированную кислоту, которая прибавляется по каплямъ, при постоянномъ помѣшиваніи раствора.

Разложеніе сухимъ путемъ (сплавление) съ углекислыми щелочами, кислой сѣрнокалиевой солью и пр. производится въ платиновомъ тиглѣ (для ѣдкихъ щелочей берется серебряный тигель). Для успѣшности этого разложенія требуется: 1) возможно тонкое измельченіе анализируемаго вещества, 2) тщательное перемѣшиваніе его съ плавнемъ и 3) достаточно продолжительное нагрѣваніе до полученія однороднаго сплава. Подробности манипуляцій будутъ указаны при изложеніи общаго хода анализа силикатовъ.

г) Осажденіе имѣетъ цѣлью выдѣленіе изъ раствора одной изъ составныхъ частей анализируемаго вещества въ удобномъ для дальнѣйшаго опредѣленія состояніи. Осажденіе производится обыкновенно въ стаканахъ, въ нѣкоторыхъ же случаяхъ (если напр. требуется продолжительное нагрѣваніе)—въ чашкахъ. При производствѣ этой манипуляціи стараются выполнить условія, при которыхъ осадокъ наименѣе растворимъ въ жидкости и полнѣе отъ нея отдѣляется (т. е. осаждается, оставляя прозрачный растворъ). Условія эти относятся: къ степени концентраціи (или разбавленности) раствора, реакціи жидкости (кислая, щелочная или средняя), ея температурѣ и продолжительности осажденія. Эти условія зависятъ отъ рода анализируемаго вещества и будутъ указаны въ своемъ мѣстѣ *); здѣсь же слѣдуетъ указать на количество приливаемого для производства осажденія реактива. Количество реактива должно быть достаточно для производства реакціи, т. е. должно прибавляться въ небольшомъ избыткѣ, и лишь въ нѣкоторыхъ случаяхъ (напр., если этотъ реактивъ долженъ удерживать въ растворѣ другія его со-

*) Можно лишь въ общемъ замѣтить, что при техническомъ анализѣ, чаще чѣмъ при болѣе точномъ химическомъ анализѣ, прибѣгаютъ къ повышенной температурѣ, сокращая этимъ продолжительность манипуляцій.

ставныя части) требуется значительный избыток реактива. Прибавленіе *большого* избытка реактива (сверхъ необходимаго) приносить тотъ вредъ, что вводитъ въ растворъ большое количество постороннихъ солей, затрудняющихъ дальнѣйшія манипуляціи (осажденіе, промываніе осадковъ и пр.). Простѣйшая проба для узнанія, достаточно ли прилито реактива, состоитъ въ томъ, что по прибавленіи нѣкотораго количества реактива (и перемѣшиваніи раствора стеклянной палочкой) даютъ осадку осѣсть и къ освѣтлѣвшей жидкости прибавляютъ по каплямъ (по стѣнкѣ стакана) тотъ же реактивъ, наблюдая, появляется ли вновь осадокъ. Нужно, впрочемъ, замѣтить, что при медленно образующихся осадкахъ (особенно кристаллическихъ) указанная проба не всегда ведетъ къ цѣли. Если реактивомъ служить кислота или щелочь, то избытокъ его легко обнаруживается въ растворѣ при помощи лакмусовой бумажки. Появленіе въ растворѣ избытка (т. е. въ свободномъ видѣ) нѣкоторыхъ летучихъ реактивовъ (напр. аміака) обнаруживается по запаху; но чтобы при этомъ не впасть въ ошибку, слѣдуетъ по прилитіи реактива хорошенько перемѣшивать растворъ и продувать надъ нимъ воздухъ, такъ какъ легко можетъ случиться, что еще до насыщенія раствора летучимъ реактивомъ послѣдній будетъ находиться въ воздухѣ надъ растворомъ.

Д) **Фильтрованіе** (прощѣживаніе), съ цѣлью отдѣлить осадокъ отъ остальнаго раствора, обыкновенно производится при помощи бумажнаго фильтра *) (щѣпки), вкладываемаго въ стеклянную воронку (фиг. 5-я); приемнымъ сосудомъ для раствора служитъ обыкновенно стаканъ, иногда—чашка (въ зависимости отъ способа дальнѣйшей обработки раствора), гораздо рѣже—колба. При выборѣ воронки нужно обращать вниманіе, чтобы она представляла правильный конусъ съ прямыми производящими (при кривыхъ производящихъ фильтръ не будетъ плотно приставать къ воронкѣ и можетъ быть легко прорванъ при промываніи осадка). Размѣръ во-

*) Въ нѣкоторыхъ случаяхъ (когда бываетъ необходимо избѣжать употребленія органическаго вещества) прощѣживание производить черезъ асбестъ, или стеклянную вату.

ронки долженъ быть нѣсколько болѣе размѣра фильтра (последній ни въ какомъ случаѣ не долженъ выступать поверхъ воронки). Фильтры вырѣзываются (по круговымъ шаблонамъ) изъ специально фабрикуемой для нихъ пропускной бумаги. Хорошая цѣдильная бумага должна легко пропускать растворъ, вполне задерживая осадокъ. Весьма важно, чтобы послѣ сжиганія этой бумаги оставалось какъ можно меньше золы, такъ какъ въ большинствѣ случаевъ не удастся вполне отдѣлать осадокъ отъ фильтра и приходится сжигать последний, а золу присоединять къ осадку. Чтобы при опредѣленіи вѣса осадковъ можно было дѣлать поправки, — вѣсъ золы фильтровъ опредѣляется разъ навсегда, взявъ бумагу изъ различныхъ частей стопы и сжигая сразу около 10 фильтровъ *).

Впрочемъ, въ продажѣ имѣются фильтры, обработанные плавиковой кислотой, вѣсомъ золы которыхъ при техническомъ анализѣ можно пренебречь. Для возможности же производства поправокъ при болѣе точномъ анализѣ на оберткахъ для этихъ фильтровъ указывается вѣсъ ихъ золы.

Размѣръ фильтра сообразуется съ количествомъ осадка, имѣя въ виду, что, съ одной стороны, для удобства промыванія осадка последний не долженъ занимать болѣе половины фильтра, а съ другой — чѣмъ больше фильтръ, тѣмъ болѣе получается ошибка, происходящая отъ неполнаго его сжиганія. При количественномъ анализѣ примѣняются главнымъ образомъ гладкіе фильтры и лишь въ нѣкоторыхъ случаяхъ (для ускоренія процѣживанія) — складчатые.

Эти случаи нерѣдко представляются при такъ называемомъ ускоренномъ техническомъ анализѣ, когда приходится отдѣлать растворъ отъ осадка, который не имѣется въ виду изслѣдовать.

Подготовка фильтра для фильтрованія производится въ слѣдующемъ порядкѣ: разматриваютъ фильтръ на свѣтъ (нѣтъ ли изъязновъ); свертываютъ его на четыре части, вкла-

*) Способъ сжиганія указанъ далѣе.

дываютъ въ воронку и плотно пригоняютъ къ ней (если уголъ воронки отличается отъ 60° , то приходится при этомъ дѣлать новую складку въ фильтрѣ); придерживая одною рукою фильтръ, смачиваютъ его при помощи промывалки (чтобы не отставалъ отъ воронки).

При производствѣ фильтрованія наблюдаются слѣдующія правила: 1) жидкость по стеклянной палочкѣ (для избѣжанія разбрызгиванія) направляется на стѣнку фильтра, но не на дно (для устраненія прорыва фильтра); 2) никогда не слѣдуетъ наливать жидкость до краевъ фильтра; 3) конецъ воронки долженъ прикасаться къ стѣнкѣ приѣмнаго сосуда и профильтрованная жидкость—течь по этой стѣнкѣ, а не падать съ высоты (для устраненія разбрызгиванія); 4) если осадокъ хорошо осѣлъ, то сначала сливается на фильтръ (указаннымъ способомъ) прозрачный растворъ, по возможности не трогая осадка (декантація), затѣмъ осадокъ взбалтывается съ остальной жидкостью и сливается на фильтръ *); 5) оставшіяся въ осадочномъ сосудѣ части осадка смываются на фильтръ при помощи промывалки (фиг. 6-я), стараясь расходовать при этомъ возможно меньше воды (для чего слѣдуетъ быстрымъ движеніемъ струи ополаскивать стѣнки сосуда и, не давая мути отстояться, быстро сливать ее на фильтръ).

Если осадокъ присталъ къ стѣнкамъ сосуда, то помогаютъ отдѣленію его при помощи плотно насаженной на стеклянную палочку резиновой трубочки **). Иногда и это средство не помогаетъ; приходится растворить приставшій осадокъ въ небольшомъ количествѣ подходящаго реактива и снова осадить его.

Другое затрудненіе, встрѣчающееся при фильтрованіи, состоитъ въ томъ, что нѣкоторые осадки (сѣрноокислый баритъ, глинистая муть и пр.) легко проходятъ черезъ фильтръ и даютъ мутный фильтратъ. Часто можно помочь дѣлу, пропуская мутный фильтратъ снова черезъ тотъ же фильтръ

*) Иногда декантацію повторяютъ нѣсколько разъ, обливая осадокъ новымъ количествомъ воды, взбалтывая и давъ отстояться.

**) Въ настоящее время въ продажѣ имѣются специально приготовленные для этой цѣли резиновые колпачки.

(даже нѣсколько разъ); но это значительно замедляетъ фильтрование и не всегда ведетъ къ цѣли. Также помогаетъ дѣлу присутствіе нѣкоторыхъ солей въ растворѣ и соблюденіе надлежащихъ условій при производствѣ осажденія; но объ этихъ частныхъ средствахъ будетъ сказано при изложеніи хода анализа.

Когда весь осадокъ смытъ на фильтръ, то, для полного отдѣленія его отъ остального раствора, необходимо его промыть.

Промываніе производится обыкновенно водой; но въ нѣкоторыхъ частныхъ случаяхъ примѣняютъ также другія жидкости, какъ-то: спиртъ, эфиръ, растворы солей и пр.; объ этихъ случаяхъ будетъ сказано въ своемъ мѣстѣ.

79158
Промываніе осадка (удаленіе изъ него растворимыхъ соединений) горячей водой достигается въ большинствѣ случаевъ быстрѣе, чѣмъ холодной; этимъ обстоятельствомъ охотно пользуются въ техническомъ анализѣ; но въ нѣкоторыхъ случаяхъ примѣненіе горячей воды недопустимо вслѣдствіе значительной растворимости въ ней самого осадка, а также по другимъ указаннымъ въ своемъ мѣстѣ причинамъ. Промываніе какъ холодной, такъ и горячей водой производится при помощи промывалки (струей воды). При промываніи, кромѣ указанныхъ выше, нужно соблюдать еще слѣдующія правила: 6) необходимо промывать не только осадокъ, но и фильтръ; для достиженія этой цѣли направляютъ струю въ верхнюю часть воронки и затѣмъ круговыми движеніями приближаютъ ее къ срединѣ фильтра; этимъ достигается еще та выгода, что осадокъ собирается въ срединѣ фильтра, чѣмъ облегчаются дальнѣйшія съ нимъ манипуляціи; 7) послѣ наполненія фильтра (не до краевъ) слѣдуетъ дать стечь водѣ, прежде чѣмъ приливать новое ея количество; этимъ приѣмомъ значительно уменьшается потребное для промыванія осадка количество воды; 8) для достиженія той же цѣли слѣдуетъ дѣлать пробы на полноту промыванія; простѣйшая проба состоитъ въ томъ, что нѣсколько капель фильтрата изъ подъ воронки принимаютъ на платиновую пластинку (или

на крышку платинового тигля) и осторожно выпариваютъ, причемъ не должно оставаться пятна.

Впрочемъ, нѣкоторые осадки замѣтно растворимы въ водѣ, которая поэтому постоянно оставляетъ пятно; такіе осадки нельзя долго промывать. Другая употребительная проба на полноту промыванія состоитъ въ томъ, что въ нѣсколькихъ капляхъ фильтрата, принятыхъ на часовое стекло, открываютъ присутствіе не осадка, а одной изъ составныхъ частей раствора (при помощи подходящаго реактива). При техническомъ—заводскомъ анализѣ, когда приходится много разъ производить анализъ того же матеріала, практически устанавливается, сколько разъ нужно промывать осадокъ, не производя пробы на полноту промыванія.

Въ техническомъ анализѣ весьма важное значеніе имѣетъ скорость фильтрованія (и промыванія осадка). Особенно трудно пропускаютъ жидкость желе-образные объемистые осадки. Для ускоренія работы, кромѣ соблюденія указанныхъ на этотъ счетъ правилъ, прибѣгаютъ также къ фильтрованію въ разрѣженное пространство (пріемный сосудъ ставится подъ колоколь, подъ которымъ разрѣжается воздухъ, а воронка при помощи пробки вставляется въ верхнее отверстіе колокола). Впрочемъ, этотъ способъ фильтрованія требуетъ навыка и довольно кропотливъ, а потому сравнительно рѣдко применяется.

При недостаточномъ навыкѣ часто случается, что фильтръ прорывается во время разрѣженія воздуха. Для избѣжанія этого требуется очень плотно пригонять фильтръ къ воронкѣ и разрѣженіе воздуха производить постепенно; причемъ размѣръ этого разрѣженія долженъ сообразоваться какъ со степенью прочности фильтра, такъ и со свойствами осадка *). Болѣе простымъ способомъ можно нѣсколько ускорить фильтрованіе тѣмъ, что къ концу воронки присоединить (при помощи каучука) стеклянную трубку около 20—30 сантиметровъ длиною.

*) Впрочемъ, въ настоящее время можно найти въ продажѣ специально приготовленные фильтры („Filter aus gehärtetem Papier“), которые довольно хорошо выдерживаютъ фильтрованіе въ разрѣженное пространство (обработ. хлорист. цинкомъ и др.).

• **е) Выпариваніе.** Хотя при промываніи осадковъ стараются избѣгать расходованія излишняго количества воды, тѣмъ не менѣе послѣ нѣсколькихъ осажденій (и фильтрованій) растворъ дѣлается настолько разбавленнымъ, что для уменьшенія ошибокъ при дальнѣйшихъ осажденіяхъ (въ всякій осадокъ нѣсколько растворимъ въ водѣ) приходится сгущать его посредствомъ выпариванія. Къ этой манипуляціи прибѣгаютъ также въ томъ случаѣ, когда требуется удалить изъ раствора летучія вещества. Въ нѣкоторыхъ же случаяхъ приходится выпаривать растворъ досуха и даже прокалывать (напр. при опредѣленіи количества растворимыхъ соединеній, для удаленія летучихъ солей и пр.).

При выборѣ сосуда для выпариванія нужно имѣть въ виду реакцію жидкости. Щелочныя вещества замѣтно дѣйствуютъ на стеклянные сосуды (въ особенности—новые), нѣсколько меньше—на фарфоровые. Кислотныя жидкости значительно меньше дѣйствуютъ на стекло (поэтому иногда жидкость передъ выпариваніемъ подкисляютъ). Обыкновенно при техническомъ анализѣ выпариваніе производятъ въ фарфоровыхъ *) чашкахъ (еще лучше, конечно,—въ платиновыхъ, а выпариваніе ѣдкихъ щелочей—въ серебряныхъ). Выпариваніе досуха, при опредѣленіи количества растворимаго соединенія,—начинаютъ въ чашкѣ и оканчиваютъ въ тиглѣ.

Выпариваніе при температурахъ ниже кипѣнія воды производится на *водяной банѣ*, состоящей изъ металлическаго (обыкновенно—мѣднаго) сосуда съ водой, нагреваемого снизу; сверху имѣются круглыя отверстія, закрываемыя концентрическими кольцами (камфорками) для поддержанія различнаго размѣра сосудовъ съ выпариваемой жидкостью. Очень удобны водяныя бани съ регулируемымъ притокомъ воды.

Для избѣжанія разбрызгиванія выпариваніе обыкновенно производятъ на водяной банѣ. Впрочемъ, при техническомъ анализѣ, для ускоренія выпариванія, производятъ его также и на голомъ огнѣ (ставя чашку на сѣтку); но при

*) Или стеклянныхъ.

этомъ необходимо наблюдать, чтобы не было настоящаго кипѣнія, а лишь обильное выдѣленіе пара. Такъ какъ при выпариваніи концентрированныхъ растворовъ является затрудненіе въ дѣствіе выкристаллизовыванія солей при выпариваніи, то это обстоятельство нужно имѣть въ виду уже при самомъ фильтрованіи, собирая отдѣльно промывныя воды, которыя только и подвергаются выпариванію.

Наибольшее затрудненіе является при выпариваніи до суха въ дѣствіе разбрызгиванія и даже разбрасыванія вещества; поэтому стараются, насколько можно, производить это выпариваніе на водяной банѣ при постоянномъ помѣшиваніи вещества. Если нельзя окончить выпариваніе на водяной банѣ, то подъ конецъ нагреваютъ, *начиная отъ краевъ* чашки (или тигля), малымъ пламенемъ и только постепенно приближаютъ пламя къ дну. По удаленіи всей воды уже можно производить болѣе сильное нагреваніе.

Иногда случается, что передъ выпариваніемъ раствора до суха вещество какъ бы ползетъ по стѣнкамъ чашки къ ея краямъ; въ этомъ случаѣ также помогаетъ нагреваніе краевъ чашки.

ж) Высушиваніе и прокаливаніе осадковъ. Обыкновенно весь осадокъ опредѣляется послѣ предварительнаго его прокаливанія; но такъ какъ при этомъ приходится сжигать также и фильтръ (въ дѣствіе невозможности вполне удалить съ него осадокъ), то для осадковъ, легко подвергающихся восстановительному дѣйствию угля (фильтра), примѣняется другой способъ опредѣленія—на взвѣшенномъ фильтрѣ. Передъ прокаливаніемъ осадка также приходится его подсушивать. Такимъ образомъ, при опредѣленіи веса осадковъ производятся слѣдующія манипуляціи: высушиваніе фильтра съ осадкомъ, сжиганіе фильтра, прокаливаніе осадка и взвѣшиваніе его.

Высушиваніе фильтра съ осадкомъ передъ прокаливаніемъ производится, не снимая его съ воронки (а лишь закрывъ послѣднюю пропускной бумагой), въ воздушной банѣ (шкафу) при температурѣ около 120° С. Слѣдуетъ избѣгать болѣе высокой температуры нагреванія, такъ какъ фильтръ

при этомъ дѣлается ломкимъ *); напротивъ, во многихъ случаяхъ не вполне высушиваютъ осадокъ, облегчая этимъ собираніе его съ фильтра въ тигель и устраняя его распыливаніе.

Высушиваніе различныхъ веществъ при анализѣ можетъ производиться при обыкновенной температурѣ и при нагреваніи (при обыкновенномъ давленіи и въ разрѣженномъ пространствѣ). Высушиваніе при обыкновенной температурѣ производится въ *эксикаторъ*—стеклянномъ сосудѣ, заключающемъ гигроскопическое вещество и подставку для сосуда съ высушиваемымъ веществомъ и закрываемомъ пришлифованнымъ колпакомъ. Гигроскопическимъ веществомъ служитъ обыкновенно хлористый кальцій ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ —пористые куски, получаемые при нагреваніи кристаллическаго $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) или крѣпкая сѣрная кислота; послѣдняя производитъ болѣе полное высушиваніе, но, какъ жидкость, менѣе удобна въ обращеніи (совѣтуютъ замѣнять ее сплавленной кислой сѣрно-каліевой солью). Болѣе энергично высушивающее дѣйствіе тѣхъ эксикаторовъ, у которыхъ гигроскопическое вещество расположено выше высушиваемаго. Высушиваніе при нагреваніи производится въ воздушной банѣ—металлическомъ шкафчикѣ (съ полками для высушиваемаго вещества и термометромъ), нагреваемомъ снизу. Воздушная баня съ очень точнымъ регулированіемъ температуры (термостатъ) окружена двойными стѣнками, заключающими въ промежуточномъ пространствѣ или жидкость съ опредѣленной температурой кипѣнія, или дурной проводникъ тепла, а также снабжена регуляторомъ для газа.

При опредѣленіи осадка на взвѣшенномъ фильтрѣ сперва высушиваютъ одинъ фильтръ, затѣмъ—вмѣстѣ съ осадкомъ, въ обоихъ случаяхъ—до постояннаго вѣса. Взвѣшиваніе производится между часовыми стеклами, въ цилиндрѣ для взвѣшиваній, въ тиглѣ, во всякомъ случаѣ—въ закрытомъ сосудѣ.

Сжиганіе фильтра (передъ прокаливаніемъ осадка) можетъ быть произведено или отдѣльно отъ осадка, или вмѣстѣ съ нимъ (въ тиглѣ). Послѣдній способъ сжиганія, при кажу-

*) Часто ломкость фильтра происходитъ отъ того, что онъ нехорошо промытъ.

щейся его простотѣ, можетъ быть допущенъ только для такихъ осадковъ, которые не возстановляются при накаливании съ углемъ; кромѣ того этотъ способъ требуетъ нѣкотораго навыка (чтобы не испортить тигля).

Рекомендуется же этотъ способъ при опредѣленіи такихъ осадковъ, которые въ сухомъ видѣ легко распыливаются (напр. кремнекислоты).

Сжиганіе фильтра отдѣльно отъ осадка можетъ быть произведено на платиновой проволоки или на платиновой пластинки (крышки). Въ обоихъ случаяхъ сначала поступаютъ такимъ образомъ: поставивъ взвѣшенный тигель на глянцевитую бумагу, вынимаютъ фильтръ (вмѣстѣ съ осадкомъ) изъ воронки и высыпаютъ осадокъ въ тигель, свернувъ фильтръ въ трубочку и, если нужно, потирая части фильтра одну о другую, причемъ свободная отъ осадка половина фильтра позволяетъ удобно держать фильтръ руками, не касаясь осадка. Случайно просыпавшіяся на бумагу части осадка сметаются въ тигель при помощи гусиного перышка.

Чтобы къ перышку не приставалъ осадокъ, слѣдуетъ перышко прокипятить съ аміакомъ (для удаленія жирныхъ частицъ), затѣмъ высушить.

Далѣе поступаютъ двоякимъ образомъ.

1) При сжиганіи фильтра на проволоку загибаютъ края фильтра такимъ образомъ, чтобы оставшіяся на немъ части осадка были прикрыты, свертываютъ фильтръ въ трубочку (не плотно), обматываютъ его спирально платиновой проволокой (оставляя свободный конецъ, который можно впаять въ стеклянную трубочку—держалку). Поставивъ тигель на фарфоровую тарелку, зажигаютъ фильтръ и держатъ его надъ тиглемъ (за свободный конецъ платиновой проволоки) до тѣхъ поръ, пока не сгорятъ продукты сухой перегонки фильтра; затѣмъ уголь отъ фильтра сжигаютъ въ наружномъ окислительномъ пламени.

Въ газовыхъ горѣлкахъ типа Бунзеновской окислительное пламя легко получается направленіемъ притока воздуха во внутрь пламени; но и въ этомъ пламени имѣется ввутренній конусъ, обладающій отчасти возстановительнымъ характеромъ. При сжиганіи фильтра (на проволоку и на пластинку), для избѣжанія потери случайно отскакивающихъ частицъ угля, удобно пользоваться горѣлкой, съ насаженной на нее фарфоровой тарелкой.

Оставшаяся на проволоку зола сбрасывается въ тигель (если нужно, помогаютъ перышкомъ или платиновой проволокой).

2) При сжиганіи фильтра на платиновой пластинкѣ (крышкѣ) отрѣзываютъ свободную отъ осадка половину фильтра, другую же половину (съ приставшими частями осадка) разрѣзываютъ на небольшіе куски, которые (по очереди) сжигаютъ на платиновой пластинкѣ (крышкѣ) въ окислительномъ пламени (положивъ пластинку на платиновый или фарфоровый треугольникъ) и оставшуюся золу присоединяютъ къ осадку.

При какой бы температурѣ ни производилось прокаливаніе осадка (вмѣстѣ съ золой фильтра), оно всегда начинается на горѣлкѣ, при доступѣ воздуха (ставя тигель наклонно и прислоняя неплотно къ его отверстію крышку—для усиленія тяги) и помѣшиваніи платиновой проволокой (или шпателемъ), чтобы сжечь оставшіяся частички угля (фиг. 7-я), и затѣмъ уже, если нужно, прокаливаніе продолжается на паяльномъ столѣ (при закрытомъ тиглѣ).

Если осадокъ легко возстановляется углемъ, то его можно прокалывать отдѣльно отъ золы, которая прокаливается на крышкѣ тигля.

3) Сжиганіе фильтра вмѣстѣ съ осадкомъ въ тиглѣ производится слѣдующимъ образомъ. Вынувъ фильтръ (съ осадкомъ) изъ воронки, помѣщаютъ его во взвѣшенный платиновый тигель и краями фильтра прикрываютъ осадокъ сверху (фильтръ съ осадкомъ долженъ занимать не болѣе $\frac{3}{4}$ тигля). Закрывъ тигель, помѣщаютъ его надъ малымъ пламенемъ на такой высотѣ, чтобы выдѣлялись лишь продукты сухой

перегонки фильтра, но тигель не накаливается. По окончаніи выдѣленія газовъ сжиганіе оставшагося отъ фильтра угля производится при наклонномъ положеніи полуоткрытаго тигля въ окислительномъ пламени и при помѣшиваніи, какъ указано выше. Затѣмъ тигель ставится въ прямое положеніе, закрывается и, если нужно, переносится на паяльный столъ (минуты на двѣ).

Взвѣшиваніе тигля, какъ было сказано (I, А, б), производится послѣ охлажденія его въ эксикаторѣ; но въ эксикаторъ нельзя ставить накаленный тигель, а лишь послѣ нѣкотораго охлажденія (когда можно дотронуться рукой до тигля).

Въ сущности всѣ описанныя манипуляціи по собиранію и прокаливанію осадка имѣютъ въ виду три цѣли: 1) избѣжать потери вещества, 2) не портить осадка (напр. вслѣдствіе возстановительнаго дѣйствія на него газовъ и фильтра) и 3) не портить тигля. Бываютъ случаи, когда, наоборотъ, нужно избѣгать окислительнаго дѣйствія на осадокъ кислорода воздуха; эти случаи будутъ рассмотрѣны при изложеніи хода анализа *).

3) Тигли и обращеніе съ ними. При анализѣ примѣняются главнымъ образомъ платиновые и фарфоровые тигли. Первые имѣютъ многія преимущества передъ вторыми (мѣнѣе подвергаются химическому дѣйствію прокаливаемаго вещества, легче переносятъ быстрыя измѣненія температуры, быстрѣе накаливаются и пр.), а потому составляютъ необходимую принадлежность всякаго точнаго анализа. Фарфоровые тигли замѣняютъ платиновые, во-первыхъ, въ тѣхъ случаяхъ, когда можно опасаться порчи этого дорогого матеріала (въ особенности въ невольнѣ опытныхъ рукахъ), во-вторыхъ, когда оказывается безразличнымъ, какіе тигли примѣнять.

Въ виду дороговизны платины слѣдуетъ имѣть въ виду возможные причины порчи платиновыхъ тиглей. Въ платиновыхъ тигляхъ не слѣдуетъ прокаливать:

*) См. ниже I, В, в, 5 (опред. закиси желѣза).

1) ѣдкихъ щелочей и щелочныхъ земель (а также ихъ азотнокислыхъ солей);

2) сѣрнистыхъ металловъ, а также веществъ, ихъ образующихъ (напр. сѣрнокислыхъ солей съ углемъ фильтра въ закрытомъ тиглѣ);

3) фосфорнокислыхъ солей съ углемъ (напр. фосфорнокислой магнезіи съ углемъ фильтра), вслѣдствіе образованія фосфорной платины;

4) легкоплавкихъ металловъ и смѣсей, ихъ образующихъ, вслѣдствіе образованія сплава съ платиной (напр. нельзя ставить накаленный тигель на цинковую поверхность паяльнаго стола);

5) смѣсей, выделяющихъ хлоръ.

При нагрѣваніи платиновыхъ тиглей нужно избѣгать соприкосновенія съ ними возстановительнаго пламени (свѣтящагося, а въ несвѣтящемся газовомъ—внутренняго конуса).

Въ виду возможныхъ случаевъ порчи платиновыхъ тиглей вѣсь ихъ нельзя считать постояннымъ, и при каждой обработкѣ вещества въ тиглѣ вѣсь послѣдняго долженъ быть провѣряемъ (очистивъ, конечно, предварительно тигель).

Очистка тигля производится обыкновенно промываніемъ его соляной кислотой, водой и затѣмъ прокаливаніемъ при доступѣ воздуха (для удаленія приставшихъ органическихъ веществъ). Если къ тиглю пристали минеральныя вещества основнаго характера, не удаляемыя соляной кислотой, то сплавляютъ въ тиглѣ кислую сѣрнокислую соль (или буру) и затѣмъ обрабатываютъ тигель соляной кислотой и водой. Для удаленія веществъ кислотнаго характера (напр. неразлагаемаго соляной кислотой силиката) сплавляютъ въ тиглѣ смѣсь соды съ поташемъ, и затѣмъ обрабатываютъ соляной кислотой и водой. Для полировки стѣнокъ тигля, сдѣлавшихся шероховатыми, примѣняется мелкій округленный песокъ (на мокрой тряпкѣ).

При употребленіи фарфоровыхъ тиглей нужно имѣть въ виду, во-первыхъ, возможность дѣйствія прокаливаемаго вещества на глазурь тигля, во-вторыхъ—постепенность нагрѣванія (и охлажденія) тигля для избѣжанія образованія въ немъ трещинъ. Въ особенности нужно быть осторожнымъ

при накаливаніи тигля на паяльномъ столѣ; въ этомъ случаѣ нужно сначала нагрѣть тигель на обыкновенномъ пламени и затѣмъ только перенести на паяльный столъ.

ПРИБАВЛЕНІЕ 1-е.

Главнѣйшіе реактивы, примѣняемые при техническомъ анализѣ, и ихъ испытаніе.

Сюда относятся: нейтральные растворители, кислоты, щелочи, соли и окрашивающія вещества (индикаторы); для удобства отысканія они расположены въ алфавитномъ порядкѣ.

При описаніи реактивовъ указано ихъ примѣненіе при анализѣ, а также способъ добыванія продажнаго продукта, такъ какъ этимъ способомъ обуславливаются тѣ примѣси, которыя нужно искать въ реактивѣ. Изъ этихъ примѣсей слѣдуетъ обращать вниманіе, главнымъ образомъ, на тѣ, которыя, во-первыхъ, уменьшаютъ точность (или чувствительность) реакціи, для которой назначается реактивъ, во-вторыхъ, вводятъ въ растворъ постороннія вещества, вредящія дальнѣйшимъ опредѣленіямъ.

Азотная кислота HNO_3 . Чаше всего примѣняются: дымящаяся азотная кислота (для окислительныхъ процессовъ) и чистая кислота, разбавленная тремя объемами воды (уд. в. 1,2). Дымящаяся кислота—въ видѣ краснобурой жидкости; чистая азотная кислота должна быть совершенно безцвѣтна. Продажная азотная кислота, получаемая разложеніемъ сѣрной кислотой чилийской селитры въ чугунныхъ ретортахъ, содержитъ обыкновенно окислы азота, хлоръ (соляную кислоту), сѣрную кислоту, іодъ, соединенія желѣза. Присутствіе въ „чистой“ кислотѣ низшихъ окисловъ азота (азотистой кислоты) узнается по окрашиванію іодокрахмального раствора (на 100 ч. крахмального клейстера 1 ч. іодистаго калия и 1 ч. угленатріевой соли) въ синій цвѣтъ. Послѣ испаренія кислоты на платиновой крышкѣ не должно оставаться замѣтнаго остатка. Сильно разбавленный растворъ кислоты не долженъ мутиться отъ азотносеребряной соли (присутствіе соляной

кислоты) и отъ хлористаго барія (присутствіе сѣрной кислоты). Дѣлають также пробу на желѣзо (роданистымъ калиемъ).

Азотносеребряная соль AgNO_3 (ляписъ) примѣняется въ видѣ раствора (1 ч. соли на 20 ч. воды) при опредѣленіи хлора. Получаясь при дѣйствіи азотной кислоты на нечистое серебро (содержащее въ себѣ мѣдь, свинецъ и др.), она можетъ содержать въ себѣ примѣси, сопровождающія эти матеріалы. Азотносеребряная соль должна вполнѣ растворяться въ спиртѣ (остатокъ—селитра, или хлористое серебро); по прилитіи къ раствору соли избытка соляной кислоты полученный осадокъ долженъ вполнѣ растворяться въ аміакѣ (остатокъ указываетъ на присутствіе свинца или висмута), а отфильтрованная жидкость не должна быть окрашена въ синій цвѣтъ (присутствіе мѣди) и при выпариваніи на платиновой крышкѣ не должна давать остатка.

Азотнонатріевая соль NaNO_3 (чилійская селитра) примѣняется для окисленія сухимъ путемъ. Очищенная (кристаллизаціей) селитра можетъ содержать еще слѣды тѣхъ примѣсей, которыя сопровождаютъ ее въ природѣ. При испытаніи дѣлается проба (въ растворѣ) на щелочныя земли (углеаміачной и фосфорнонатріевой солью), соляную кислоту (азотносеребряной солью), сѣрную кислоту (хлористымъ баріемъ), іодистоводородную и бромистоводородную кислоту (хлорной водой въ присутствіи сѣроуглерода—фіолетовое и желтобурое окрашиваніе).

Аміакъ NH_3 примѣняется въ растворѣ (нашатырный спиртъ), обыкновенно съ 10⁰/о аміака (уд. в. 0,96). Главнымъ источникомъ для полученія нашатырнаго спирта служитъ газовая вода (на газовыхъ заводахъ), обрабатываемая для этой цѣли известью при нагрѣваніи. Выдѣляющійся газъ поглощается непосредственно водой или же—сѣрной кислотой; изъ сѣрноамоніевой соли получается болѣе чистый растворъ аміака. Этимъ способомъ добычи обусловливаются примѣси къ аміаку. Растворъ аміака долженъ быть совершенно безцвѣтенъ и при выпариваніи на платиновой крышкѣ не давать остатка. Кромѣ того, производятся испытанія: на углекислоту (известковой водой при нагрѣваніи), на соляную и сѣрную кислоты (азотносеребряной солью и хлористымъ баріемъ послѣ подкисленія азотной кислотой), на известь (щавелево-аміачной солью) и на другія основанія (сѣроводородомъ въ подкисленномъ растворѣ и сѣрнистымъ амоніемъ).

Бензинъ (нефтяной эфиръ) употребляется при техническомъ анализѣ какъ растворитель (для смолъ и пр.), для опредѣленія удѣльнаго вѣса такихъ тѣлъ, на которыя дѣйствуетъ вода, и пр. Бензинъ получается при перегонкѣ нефти и пред-

ставляетъ летучую (огнеопасенъ) подвижную жидкость. При испареніи его (на открытомъ воздухѣ) не должно получаться смолистаго остатка.

Бертолетова соль KClO_3 употребляется въ твердомъ видѣ для окисленій. Получается она дѣйствіемъ хлора на известковое молоко (при нагрѣваніи) и прибавленіемъ затѣмъ хлористаго калия. При прокаливаніи соли (въ тиглѣ) долженъ получиться бѣлый остатокъ (розовая окраска — присутствіе марганца), имѣющій въ растворѣ среднюю реакцію (щелочная реакція—присутствіе поташа). Кромѣ того, дѣлаются пробы (въ растворѣ): на соляную кислоту (азотносеребряной солью, — едва замѣтная муть, но не осадокъ), на известь (щавелево-аміачной солью) и на другія основанія (сѣроводородомъ).

Бура $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 10\text{H}_2\text{O}$ употребляется въ твердомъ видѣ при реакціяхъ сухимъ путемъ. Получается она или изъ природной борной кислоты (сассолина), обрабатывая ее (послѣ очищенія кристаллизаціей) растворомъ соды, или—изъ природной буры (тинкала), удаляя жирныя вещества известковымъ молокомъ и очищая отъ другихъ примѣсей кристаллизаціей. Такимъ образомъ, примѣси въ бурѣ происходятъ отъ неполнаго очищенія природнаго матеріала. Испытанія производятся (въ растворѣ): на соляную и сѣрную кислоты (азотносеребряной солью и хлористымъ баріемъ послѣ подкисленія азотной кислотой), на азотную кислоту (послѣ нагрѣванія съ сѣрной кислотой не долженъ обезцвѣчиваться индиговый растворъ), на щелочныя земли (углеаміачной солью) и на другія основанія (сѣроводородомъ).

Вода H_2O (дистиллированная) должна быть безцвѣтна, безъ запаха и вкуса и не оставлять послѣ выпариванія остатка. Испытанія производятся: на угольную кислоту (известковой водой), соляную и сѣрную кислоты (азотносеребряной солью и хлористымъ баріемъ послѣ подкисленія), на известь (щавелевоаміачной солью), на соль олова (сулемой по прибавленіи небольшого количества соды) и на другія основанія (сѣрнистымъ амоніемъ). Для удаленія органическихъ веществъ прибавляютъ къ водѣ раствора минеральнаго хамелеона и подвергаютъ ее вторичной перегонкѣ.

Желѣзистосинеродистый калий $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ (желтая соль) употребляется въ растворѣ (1 ч. соли на 12 ч. воды) какъ реактивъ на соли окиси желѣза. Добывается онъ сплавленіемъ поташа съ органическими азотистыми веществами въ присутствіи желѣза, а также—изъ газоочистительной массы газовыхъ заводовъ и очищается кристаллизаціей. Такъ какъ соль эта служитъ лишь для качественныхъ испытаній (въ

отдѣльной пробѣ раствора), то примѣси къ ней, не имѣющія окислительнаго характера, не вредятъ реакціямъ.

Желъзосинеродистый калий $K_3Fe(CN)_6$ (красная соль) употребляется въ растворѣ (1 ч. соли на 12 ч. воды) какъ реактивъ на соли закиси желѣза. Получается онъ дѣйствіемъ хлора на желтую соль; примѣсь этой послѣдней соли (и вообще—возстановителей) вредитъ реакціямъ съ ней. Такъ какъ растворъ красной соли нѣсколько измѣняется при стояніи, то лучше всякій разъ готовить малое количество свѣжаго раствора. Этотъ растворъ въ соляхъ окиси желѣза долженъ производить лишь бурое окрашиваніе, но не давать синяго осадка (содержаніе соли закиси).

Іодистый калий KI употребляется въ твердомъ видѣ при объемномъ опредѣленіи окиси желѣза. Реакція основана на окисленіи іодистаго калия окисью желѣза съ выдѣленіемъ іода; поэтому соль эта не должна содержать примѣсей другихъ веществъ, выдѣляющихъ изъ нея іодъ. Растворъ іодистаго калия долженъ быть безцвѣтенъ. При дѣйствіи слабой сѣрной кислоты іодистый калий не долженъ окрашиваться въ коричневый цвѣтъ (присутствіе іодноватой соли).

Кислая стрнкокалиевая соль $KHSO_4$ употребляется въ твердомъ видѣ при сплавленіяхъ. Соль эта должна вполне растворяться въ водѣ съ кислой реакціей на лакмусъ, и растворъ не долженъ давать мути отъ сѣроводорода, аміака или сѣрнистаго амонія (присутствіе солей тяжелыхъ металловъ).

Крахмальный клейстеръ употребляется какъ реактивъ на іодъ при титрованіи желѣза сѣрноватистонатріевой солью. Лучше всего каждый разъ готовить свѣжій клейстеръ, кипятя (въ пробиркѣ) 1 ч. крахмала въ 100 ч. воды и давъ отстояться клочьямъ. Крахмальный клейстеръ долженъ окрашиваться слабымъ растворомъ іода въ синій, а не въ бурый цвѣтъ.

Куркумовая бумага примѣняется какъ реактивъ на борную кислоту. Она должна имѣть желтый цвѣтъ и отъ борной кислоты (въ солянокисломъ растворѣ) окрашиваться въ бурокрасный цвѣтъ, особенно при высушиваніи.

Лакмусовая бумага синяя, какъ реактивъ на свободныя кислоты, и—красная—реактивъ на свободныя щелочи. Лакмусовая бумага должна быть достаточно чувствительна.

Марганцовокалиевая соль $KMnO_4$ (хамелеонъ) употребляется при опредѣленіи закиси желѣза объемнымъ путемъ; главное испытаніе состоитъ въ опредѣленіи окислительной способности раствора хамелеона при помощи щавелевой ки-

слоты, іодистаго калія и сѣрноватистонатріевоі соли, или металлическаго желѣза (см. I, B, в.—титрованіе закиси желѣза). Растворъ хамелеона долженъ быть защищенъ отъ прямыхъ солнечныхъ лучей и соприкосновенія съ органическими веществами (нужно избѣгать деревянныхъ и каучуковыхъ пробокъ, фильтрованія черезъ бумагу, попаданія атмосферной пыли).

Молибденоаміачная соль $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ примѣняется въ видѣ раствора въ азотной кислотѣ для опредѣленія фосфорной кислоты. О приготовленіи этого раствора см. при опредѣленіи фосфорной кислоты (I, Г).

Натристая известь получается прокаливаніемъ смѣси ѣдкаго натра съ двумя частями извести и измельченіемъ въ куски,—употребляется для поглощенія углекислоты. Натристая известь при дѣйствіи соляной кислоты не должна сильно шипѣть и, будучи смѣшана съ сахаромъ и прокалена, не должна выдѣлять аміака.

Нашатырь NH_4Cl (хлористый амоній) употребляется при анализѣ обыкновенно въ растворѣ (1 ч. соли на 8 ч. воды). При нагреваніи (прокаиваніи) нашатыря на платиновой пластинкѣ онъ долженъ вполне улетучиваться; реакція раствора должна быть нейтральная. Производятся также пробы на соли тяжелыхъ металловъ (сѣрнистымъ амоніемъ) и на сѣрную кислоту (хлористымъ баріемъ).

Перекись свинца PbO_2 употребляется какъ реактивъ на марганецъ. При кипяченіи перекиси свинца съ азотной кислотой и разбавленіи водой не должно появляться краснаго окрашиванія (присутствіе марганца).

Поташъ K_2CO_3 (Углекаліевая соль). Добывается поташъ изъ золы растеній, свекловичной патоки, пота, шерсти и изъ хлористаго калія (по способу Леблана); въ зависимости отъ способа добыванія и примѣси въ немъ бываютъ различны. Испытанія производятся (въ растворѣ) на соляную кислоту (азотносеребренной солью по подкисленіи азотной кислотой), сѣрную кислоту (хлористымъ баріемъ по подкисленіи соляной кислотой), фосфорную кислоту (при нагреваніи съ молибденоаміачной солью и азотной кислотой), известь (щавелевоаміачной солью), глиноземъ (аміакомъ) и окислы желѣза (желтой и красной солью).

Сода Na_2CO_3 . (угленатріевая соль) употребляется при сплавленіяхъ, для усредненія кислыхъ жидкостей и для осажденій. Получается она по способу Леблана (обработкой поваренной соли сѣрной кислотой и прокаиваніемъ полученной глауберовоі соли съ мѣломъ и углемъ) и по такъ называемому аміачному способу (нагреваніемъ раствора пова-

ренной соли съ двууглекислымъ амоніемъ,—см. ниже: углеміачная соль). Испытанія производится въ растворѣ на: соляную и сѣрную кислоты (азотносеребряной солью и хлористымъ баріемъ по подкисленіи азотной кислотой), фосфорную кислоту (молибденоаміачной солью и азотной кислотой), свободныя щелочи (лакмусовой бумагой по прилитіи избытка хлористаго барія), окислы желѣза (желтой и красной солью).

Соляная кислота HCl (хлористоводородная кис.) употребляется—дымящаяся (уд. в. 1,2) и—разбавленная двумя объемами воды (уд. в. 1,12). Получается она на сульфатныхъ (и содовыхъ) заводахъ при обработкѣ поваренной соли сѣрной кислотой въ чугунныхъ или свинцовыхъ скородахъ и проч. Чистая соляная кислота должна быть безцвѣтна и при выпариваніи на платиновой крышкѣ не давать остатка. Испытанія производятся также на: хлоръ и хлорное желѣзо (окрашиваніе въ синій цвѣтъ іодистаго калия съ крахмальнымъ клейстеромъ), сѣрную кислоту (хлористымъ баріемъ на сильно разбавленную кислоту), сѣрнистую кислоту (обесцвѣчиваніе слабого синяго раствора іода въ крахмальномъ клейстерѣ), желѣзо (аміакомъ и сѣрнистымъ амоніемъ) и мышьякъ (сѣрководородомъ).

Спиртъ обыкновенный $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$ употребляется (какъ растворитель и пр.)—абсолютный (уд. в. 0,795) и—съ 8—10% воды (уд. в. 0,83). Чистый алкоголь долженъ улетучиваться безъ остатка, не оставлять запаха сивушнаго масла при растираніи между пальцами, не измѣнять цвѣта смоченной водою лакмусовой бумаги и горѣть синеватымъ мало замѣтнымъ пламенемъ *).

Сѣрная кислота H_2SO_4 употребляется—чистая крѣпкая (уд. в. 1,84) и—разбавленная 5 объемами воду (для разбавленія наливаютъ въ фарфоровую чашку воды и приливаютъ къ ней постепенно кислоту). Добывается сѣрная кислота по т. наз. камерному способу—въ свинцовыхъ камерахъ—при взаимодействіи сѣрнистаго газа (получаемаго при обжиганіи сѣрнистыхъ металловъ), окисловъ азота (паровъ азотной кислоты, получаемыхъ дѣйствіемъ сѣрной кислоты на селитру въ чугунныхъ горшкахъ), водяныхъ паровъ и воздуха и затѣмъ—выпариваніемъ. Этими уловіями добыванія характеризуются примѣси въ кислотѣ. Приготовленная по новѣйшему (т. наз. контактному) способу кислота должна быть чище. Чистая сѣрная кислота должна быть совершенно безцвѣтна (черный цвѣтъ—отъ органическихъ веществъ), при нагрѣва-

*) Т. наз. казенный (ректификованный) спиртъ довольно чистъ.

ніи (осторожно) въ платиновой чашкѣ должна улетучиваться безъ остатка. Кромѣ того, производятся испытанія на: азотную кислоту и азотноватую окись (осторожное прилитіе желѣзнаго купороса,—въ мѣстѣ соприкосновенія жидкостей бурое окрашиваніе), соляную кислоту (азотносеребряной солью), свинецъ (соляной кислотой).

Сѣрнистый углеродъ CS_2 примѣняется какъ растворитель (смолистыхъ веществъ и углеводородовъ асфальта, и пр.), добывается пропусканіемъ паровъ сѣры надъ накаленнымъ углемъ. Онъ представляетъ безцвѣтную жидкость (при долгомъ стояніи окрашивается въ желтый цвѣтъ), уд. в.—1,29, кипитъ при $48^\circ C$ (огнеопасенъ). Сѣроуглеродъ долженъ вполне улетучиваться при обыкновенной температурѣ, не измѣнять цвѣта лакмусовой бумаги и не оказывать дѣйствія на уксусносвинцовую соль (отсутствіе H_2S).

Терпентинъ или скипидаръ $C_{10}H_{16}$ (очищенный французскій скипидаръ) употребляется при техническомъ анализѣ какъ растворитель (для смолъ) и при опредѣленіи удѣльнаго вѣса тѣхъ матеріаловъ, на которые дѣйствуетъ вода. Терпентинъ получается при перегонкѣ (съ водой) смолистаго сока хвойныхъ растений и представляетъ подвижную жидкость съ уд. в. 0,86, кипящую при $156^\circ C$, на воздухѣ постепенно окисляется съ образованіемъ смолистаго вещества. Очищенный терпентинъ долженъ быть безцвѣтенъ и по испареніи не долженъ давать смолистаго остатка.

Углеаміачная соль $(NH_4)_2CO_3$ употребляется въ твердомъ видѣ и въ растворѣ (1 ч. соли на 4 ч. воды съ прибавл. 1 ч. аміака). Получается она перегонкой смѣси сѣрноамоніевой соли съ мѣломъ въ чугунныхъ котлахъ и состоитъ обыкновенно изъ кислой соли: $NH_4.H.CO_3$. При выпариваніи въ платиновомъ сосудѣ сначала долженъ получиться бѣлый остатокъ (окрашиваніе указываетъ на присутствіе смолистыхъ веществъ), который при дальнѣйшемъ накаливаніи долженъ улетучиваться безъ остатка. Кромѣ того, производятся испытанія на: соляную и сѣрную кислоты (азотносеребряной солью и хлористымъ баріемъ въ подкисленномъ азотной кислотой растворѣ), известь (щавелевоаміачной солью).

Уксусная кислота $C_2H_4O_2$ получается при сухой перегонкѣ дерева; при выпариваніи не должна давать остатка, и по насыщеніи содой и прибавленіи нѣсколькихъ капель хамелеона не должно происходить обезцвѣчиванія и затѣмъ помутненія (присутствіе пригорѣлыхъ веществъ). Кромѣ того, дѣлаются пробы на соляную и сѣрную кислоты (азотносеребряной солью и хлористымъ баріемъ) и на металлы (сѣро-

водородомъ и сѣрнистымъ амоніемъ по насыщеніи кислоты амиакомъ).

Уксуснонатріевая соль $C_2NaH_3O_2 + 3H_2O$ употребляется въ растворѣ (1 ч. соли на 10 ч. воды) при осажденіи глинозема и окиси желѣза. Испытаніе ея см.: уксусная кислота.

Феноль-фталейнъ $C_{20}H_{14}O_3$ очень чувствительный индикаторъ при титрованномъ анализѣ на свободныя щелочи (оранжево-красный цвѣтъ) и кислоты (обесцвѣчиваніе); для открытія углекислыхъ щелочей непригоденъ, такъ какъ свободной углекислотой также обесцвѣчивается. Ф.ф. представляетъ бѣлый кристаллическій порошокъ (продажный—слегка желтоватъ), мало растворимый въ водѣ, но оч. легко—въ алкоголь. Примѣняется алкогольный растворъ (1 ч. ф.-ф. на 100 ч. 95°/о алкоголя). Одна капля этого раствора должна обнаруживать малѣйшіе слѣды щелочи.

Фосфорная соль $NaNH_4HPO_4$ употребляется въ твердомъ видѣ (съ 4 молек. воды) для открытія кремнекислоты. Фос. с. должна вполнѣ растворяться въ водѣ; растворъ съ ляписомъ долженъ давать желтый осадокъ, растворимый въ азотной кислотѣ.

Фосфорнонатріевая соль $Na_2HPO_4 + 12H_2O$ употребляется въ растворѣ (1 ч. соли на 10 ч. воды) для осажденія магнезии. При нагрѣваніи (и затѣмъ прокаливаніи) на платиновой крышкѣ, соль эта должна улетучиваться безъ остатка. Дѣлаются также пробы: на соляную и сѣрную кислоты (азотносеребряной солью и хлористымъ баріемъ въ подкисленномъ азотной кислотой растворѣ), на соду (шипѣніе при дѣйствіи кислотъ), на мышьякъ (сѣрководородомъ послѣ подкисленія соляной кислотой).

Фтористоводородная кислота HF (плавиковая) употребляется для разложенія силикатовъ при опредѣленіи щелочей. Получается она дѣйствіемъ сѣрной кислоты на плавиковый шпатъ, продажная содержитъ обыкновенно примѣсь сѣрной и кремнефтористоводородной кислоты *). При выпариваніи въ платиновомъ сосудѣ она не должна давать остатка и при нейтрализаціи ѣдкимъ кали не должна давать осадка (кремнефтористоводородная кислота). Примѣсь сѣрной кислоты не вредитъ реакціямъ.

Хлористый барій $BaCl_2 + 2H_2O$ употребляется въ растворѣ (1 ч. соли на 10 ч. воды) для осажденія сѣрной кислоты. Получается эта соль обыкновенно возстановленіемъ тяжелаго шпата (углемъ) въ сѣрнистый барій и сплавленіемъ послѣд-

*) По новѣйшимъ изслѣдованіямъ (Kayser) кислота, хранящаяся въ гутаперчевыхъ сосудахъ, часто содержитъ щелочи.

няго съ хлористымъ кальціемъ, причемъ образуется нерастворимый сѣрнистый кальцій и растворимый хлористый барій. Растворъ соли долженъ быть совершенно прозраченъ и показывать среднюю реакцію; по удаленіи изъ него сѣрной кислотой барита отфильтрованная жидкость при выпариваніи на платиновой пластинкѣ не должна давать остатка. Дѣлаются также пробы на металлы (окрашивание или осадокъ отъ сѣроводорода и сѣрнистаго амоніа).

Хлористый кальцій $\text{CaCl}_2 + 6\text{H}_2\text{O}$ употребляется въ твердомъ видѣ (пористый $\text{CaCl}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ —для высушиванія газовъ) и въ растворѣ (1 ч. соли въ 5 ч. воды) при опредѣленіи фтора. Получается эта соль какъ побочный продуктъ при другихъ производствахъ (содовомъ, производствѣ хлора и пр.). Растворъ соли долженъ имѣть нейтральную реакцію. Испытанія производятся на: сѣрную кислоту (хлористымъ баріемъ), угольную кислоту (шипѣніе при дѣйствіи кислотъ), аміакъ (запахъ аміака при дѣйствіи ѣдкой извести) и металлы (сѣрнистымъ амоніемъ).

Хлористый магній $\text{MgCl}_2 + 6\text{H}_2\text{O}$ употребляется для приготовленія т. наз. магнезiальной смѣси. Испытаніе—см. хлористый кальцій.

Хлорная платина $\text{PtCl}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$ употребляется въ видѣ раствора (1 ч. соли на 10 ч. воды) при опредѣленіи щелочныхъ металловъ. Получается она раствореніемъ платины въ царской водкѣ. Чистая хлорная платина должна давать въ спиртѣ вполнѣ прозрачный растворъ.

Хлорное желѣзо Fe_2Cl_6 употребляется въ растворѣ (1 ч. соли на 12 ч. воды). Безводное хлорное желѣзо получается дѣйствіемъ хлора на накалившееся желѣзо; въ растворѣ оно не вполнѣ постоянно, выдѣляя со временемъ осадокъ основной соли. Болѣе постоянны растворы, содержащіе избытокъ кислоты и получаемые дѣйствіемъ соляной кислоты на окись желѣза. Испытанія производятся на: свободную кислоту (при помѣшиваніи раствора стеклянной палочкой, смоченной аміакомъ, долженъ появляться исчезающій осадокъ), соль закиси желѣза (красной солью), азотную кислоту (появленіе бураго кольца отъ прибавленія кристаллика желѣзнаго купороса и крѣпкой сѣрной кислоты), сѣрную кислоту (хлористымъ баріемъ) и металлы (сѣроводородомъ).

Хлорная вода Cl_2 —насыщенный растворъ хлора въ водѣ; употребляется для окисленій (при переводѣ солей закиси желѣза въ окисныя и пр.). Испытаніе производится на соляную кислоту (удаляютъ хлоръ взбалтываніемъ съ металлической ртутью до прекращенія образованія бѣлаго осадка; фильтратъ

не долженъ имѣть кислой реакціи и не давать мути отъ азотносеребряной соли).

Щавелевоаміачная соль $C_2(NH_4)_2O_4 + H_2O$ употребляется въ растворѣ (1 ч. соли на 24 ч. воды) для осажденія извести. При накаливаніи на платиновой пластинкѣ соль эта должна улетучиваться безъ остатка. Растворъ соли не долженъ мутиться отъ сѣрнистаго водорода и сѣрнистаго амонія.

Ѣдкій натръ $NaHO$ употребляется въ растворѣ (1 ч. Ѣдкаго натра на 10 ч. воды). Ѣдкій натръ получается дѣйствіемъ извести на растворъ соды (или же электролитическимъ путемъ); онъ долженъ вполне растворяться въ водѣ и давать прозрачный растворъ. Испытанія производятся на соляную и сѣрную кислоты (азотносеребряной солью и хлористымъ баріемъ послѣ подкисленія азотной кислотой), угольную кислоту (шипѣніе при дѣйствіи кислотъ), известь (щавелевоаміачной солью) и металлы (сѣристымъ водородомъ и сѣристымъ амоніемъ).

Эфиръ обыкновенный $(C_2H_5)_2O$ (т. наз. сѣрный э.). Эфиръ долженъ быть безцвѣтенъ, испаряться при обыкновенной температурѣ безъ остатка и не измѣнять цвѣта лакмусовой бумаги.

ПРИБАВЛЕНІЕ 2-е.

Атомные вѣса элементовъ, встрѣчаемыхъ при техническомъ анализѣ *).

Азотъ	14,04	Висмутъ	208,50
Алюминій	27,10	Водородъ	1,01
Барій	137,40	Желѣзо	56,00
Берилій	9,10	Іодъ	126,85
Боръ	11,00	Калій	39,15
Бромъ	79,96	Кальцій	40,00
Ванадій	51,20	Кислородъ	16,00

*) Приводимыя величины атомныхъ вѣсовъ предложены для аналитическихъ работъ комиссіей, образованной при Берлинскомъ химическомъ обществѣ (1898 г.).

Кобальтъ.	59,00	Свинецъ.	206,90
Кремній.	28,40	Серебро.	107,93
Литій.	7,03	Стронцій.	87,60
Магній.	24,36	Сурьма.	120,00
Марганецъ.	55,00	Сѣра.	32,06
Молибденъ.	96,00	Титанъ.	48,10
Мѣдь.	63,60	Углеродъ.	12,00
Натрій.	23,05	Фосфоръ.	31,00
Никель.	58,70	Фторъ.	19,00
Ніобій.	94,00	Хлоръ.	35,45
Олово.	118,50	Хромъ.	52,10
Платина.	194,80	Цинкъ.	65,40
Ртуть.	200,03		

Б. Предварительныя качественныя испытанія.

Въ составъ силикатовъ (или въ видѣ примѣси) чаще всего входятъ слѣдующія основанія: глиноземъ, окись и закись желѣза, окись и закись марганца, известь, магнезія, кали, натръ. Рѣже встрѣчаются окислы: литія, барія, стронція, берилія, цинка, свинца, висмута, мѣди, олова, никеля, кобальта, хрома (итрія, цезія, торія, циркона).—Изъ кислотъ (кромѣ кремневой):—соединенія фосфорной, сѣрной, борной, угольной, хлора, фтора, сѣры (въ видѣ сѣрнистыхъ металловъ), титановой кислоты (молибденовой, ванадіевой).—Изъ нейтральныхъ тѣлъ:—вода; какъ примѣсъ встрѣчаются органическія вещества.

Если нужно удостовѣриться, что имѣемъ дѣло съ *силикатомъ*, вводятъ въ стекло фосфорной соли, полученной въ ушкѣ платиновой проволоки—въ пламени паяльной трубки, крупинку вещества и снова нагрѣваютъ въ этомъ пламени; причемъ замѣчается плавающий въ расплавленномъ прозрачномъ стеклѣ скелетъ кремнекислоты, имѣющій форму взятой крупинки.

а) Полученіе раствора для анализа. Чтобы получить растворъ для анализа, нужно прежде всего выдѣлить изъ

силиката кремнекислоту. По дѣйствию кислотъ (соляной, азотной, сѣрной) на силикаты, послѣдніе можно раздѣлить на двѣ группы: 1) силикаты, разлагаемые кислотами и 2) силикаты, не разлагаемые кислотами *). При дѣйствии кислотъ на первую группу кремнекислота выдѣляется въ видѣ нерастворимаго гидрата, а основанія, бывшія съ ней въ соединеніи, переходятъ въ соли взятой кислоты. На вторую же группу силикатовъ упомянутыя кислоты не дѣйствуютъ; для отдѣленія же кремнекислоты сплавляютъ силикатъ съ основными веществами, напр. баритомъ, поташемъ или содой. Въ послѣднемъ, напримѣръ, случаѣ вытѣсняется углекислота, а натръ соединяется съ кремнеземомъ, съ образованіемъ болѣе основнаго силиката, принадлежащаго уже къ первой группѣ; остается, слѣдовательно, обработать его кислотой для выдѣленія кремнекислоты.

Однако осажденный тѣмъ или другимъ способомъ гидратъ кремнезема не можетъ быть вполне отдѣленъ фильтрованіемъ, потому что онъ отчасти растворимъ въ полученной кислой жидкости. Для перевода кремнекислоты въ нерастворимое состояніе слѣдуетъ выпарить жидкость досуха (и даже нагрѣть остатокъ до $110-115^{\circ}$ С., см.: I, В, б, 1); причемъ около 100° С. теряется также большая часть гидратной воды кремнезема. Но такъ какъ вслѣдствіе нагрѣванія разлагаются также соли нѣкоторыхъ слабыхъ основаній (глинозема, окиси желѣза) съ образованіемъ нерастворимыхъ въ водѣ основныхъ солей, то полученная сухая масса сперва обрабатывается кислотой для превращенія основныхъ солей въ среднія, затѣмъ уже—водой, и отфильтровывается кремнекислота. Полученный растворъ служить для дальнѣйшаго анализа.

Чтобы узнать, принадлежитъ ли данный силикатъ къ

*) Къ первымъ относятся обыкновенно болѣе бѣдные кремнекислотой силикаты (болѣе основные), ко вторымъ—болѣе богатые (би—и трисиликаты). Въ природѣ вообще разлагаемыхъ силикатовъ гораздо меньше, чѣмъ неразлагаемыхъ (напр. разлагаемы группа водныхъ силикатовъ—цеолитовъ, нѣкоторые вулканическіе туфы и пр.); но зато къ нимъ относятся многіе искусственные продукты, напр. многіе шлаки, гидравлическія вяжущія вещества и др.

разлагаемымъ кислотами, небольшую пробу тонко измельченнаго силиката нагрѣваютъ продолжительное время съ соляной кислотой. Если при этомъ силикатъ вполне разложился, то при треніи стеклянной палочкой не будутъ ощущаться „скрипящія“ крупинки взятаго вещества (а лишь бѣлый аморфный осадокъ выдѣленнаго кремнезема).

Если желаютъ точнѣе удостовѣриться въ полномъ разложеніи силиката, то можно выдѣлившійся гидратъ кремнезема прокипятить съ избыткомъ крѣпкаго раствора соды, причемъ онъ долженъ вполне раствориться. Нерастворимый остатокъ укажетъ на неполноту реакціи, или на присутствіе также неразлагаемаго силиката (см.: I, B, б, 2).

б) Открытіе основаній. Качественныя испытанія производятся лишь для открытія рѣже встрѣчающихся въ силикатахъ основаній (см.: выше); впрочемъ, и тутъ въ большинствѣ случаевъ (напр. зная минералогическій составъ изслѣдуемой силикатовой породы) не прибѣгаютъ къ систематическому ходу качественного анализа (съ употребленіемъ съродоворода), а ограничиваются частными реакціями на тѣ основанія, присутствіе которыхъ предполагается въ силикатѣ. Что же касается обыкновенно встрѣчающихся въ силикатахъ основаній, то здѣсь чаще всего представляется надобность узнавать степень окисленія желѣза, а также присутствіе или отсутствіе марганца.

Степень окисленія желѣза въ разлагаемыхъ кислотами силикатахъ можетъ быть опредѣлена въ растворѣ, полученномъ при дѣйствіи соляной кислоты на силикатъ (см.: выше),—при помощи частныхъ реакцій (проба на закись красной солью и проба на окись желтой солью или роданистымъ калиемъ). Нужно только принять мѣры для воспрепятствованія окисленію закиси желѣза кислородомъ воздуха и раствореннымъ въ водѣ; съ этой цѣлью разложеніе силиката соляной кислотой производится въ прикрытомъ сосудѣ (лучше въ колбѣ); для изгнанія воздуха изъ сосуда прибавляется къ силикату двуугленатріевая соль, и вода употребляется прокипяченная. Еще болѣе предосторожностей требуетъ опредѣленіе степени окисленія желѣза въ неразлагаемыхъ сили-

катахъ; о принимаемыхъ при этомъ мѣрахъ (для предупрежденія окисленія закиси желѣза во время разложенія силиката щелочами) будетъ сказано при количественномъ опредѣленіи закиси желѣза (см. I, B, в, 5).

Для открытія *марганца* нѣсколько капель *) раствора, полученнаго послѣ отдѣленія кремневой кислоты, наливается на перекись свинца (въ пробиркѣ), приливается азотная кислота, кипятится смѣсь, разбавляется водой и перемѣшивается. Пурпуровокрасный цвѣтъ образовавшейся марганцовой кислоты указываетъ на присутствіе марганца.

Нужно обратить вниманіе начинающихъ, что нагрѣваніе азотной кислоты въ присутствіи осадка (перекиси свинца) должно быть крайне осторожное (начиная съ верхнихъ частей жидкости) для избѣжанія непріятныхъ послѣдствій отъ разбрызгиванія этой кислоты, и обязательно — въ вытяжномъ шкапу. Продажная перекись свинца часто сама даетъ реакцію на марганецъ, а потому не мѣшаетъ сдѣлать предварительную пробу съ ней безъ прибавленія анализируемаго вещества (продажный сурикъ бываетъ чище).

Во многихъ случаяхъ для пробы на марганецъ можно брать прямо порошокъ силиката и, конечно, въ большемъ количествѣ, чѣмъ растворъ.

Присутствіе марганца въ неразлагаемыхъ кислотами силикатахъ обнаруживается также по голубому окрашиванію массы, получаемой послѣ сплавленія силиката съ содой (см. I, B, б, 2).

в) Открытіе кислотъ. Открытіе *сѣрной кислоты* производится въ части кислаго раствора, полученнаго по отдѣленіи кремнекислоты, — посредствомъ хлористаго барія (бѣлый осадокъ или муть, въ слабыхъ растворахъ появляющаяся не сразу).

Для открытія *фосфорной кислоты* другая часть указаннаго раствора выпаривается по прибавленіи азотной кислоты

*) „Нѣсколько капель“ рекомендуется брать потому, что обыкновенно проба на марганецъ дѣлается попутно съ количественнымъ анализомъ; если же эта проба производится надъ отдѣльной порціей вещества, то, конечно, можно взять болѣе значительное количество раствора.

до суха; остатокъ нагрѣваютъ съ азотной кислотой и водой, охлаждаютъ, процѣживаютъ и фильтратъ приливаютъ къ избытку раствора молибденово-аміачной соли въ азотной кислотѣ *) (свѣтло-желтый осадокъ, при маломъ количествѣ, появляется не сразу; способствуетъ слабое нагрѣваніе).

Окрашиваніе жидкости въ желтый цвѣтъ (безъ образованія осадка или налета на стѣнкахъ сосуда) не служитъ еще доказательствомъ присутствія фосфорной кислоты.

Присутствіе *углекислыхъ* солей обнаруживается шипѣніемъ отъ выдѣленія угольной кислоты при обработкѣ силиката соляной кислотой.

Для открытія *хлора* при отдѣленіи кремнезема употребляютъ вмѣсто соляной кислоты азотную, и на полученный растворъ дѣйствуютъ растворомъ азотносеребряной соли (бѣлый творожистый осадокъ, растворимый въ аміакѣ).

Для открытія *фтора* въ разлагаемомъ сѣрною кислотой силикатѣ нагрѣваютъ этотъ силикатъ съ крѣпкой сѣрною кислотой въ пробирной трубкѣ; выдѣляющійся при этомъ фтористый кремній съ влагой воздуха даетъ туманъ отъ образующейся кремневой кислоты.

Если же выдѣляющійся газъ посредствомъ отводной трубочки пропускать въ воду, то замѣчается помутнѣніе сначала на внутренней поверхности отводной трубки, а затѣмъ и далѣе въ водѣ.

Для открытія *фтора* въ неразлагаемомъ кислотами силикатѣ сплавляютъ его со щелочами и поступаютъ, какъ указано далѣе при количественномъ опредѣленіи фтора (I, Г). Полученный осадокъ фтористаго кальція обрабатываютъ сѣрною кислотой указаннымъ выше способомъ.

Для открытія *борной кислоты* послѣ сплавленія силиката со щелочами и обработки водой, фильтруютъ, подкисляютъ полученный растворъ слабой соляной кислотой и опускаютъ въ него куркумовую бумажку (красное окрашиваніе).

*) Приготовленіе этого раствора указано при количественномъ опредѣленіи фосфорной кислоты (I, Г).

Нужно имѣть въ виду, что очень крѣпкій растворъ соляной кислоты уже самъ окрашиваетъ куркумовую бумажку въ темнобурый цвѣтъ (чему способствуетъ также присутствіе въ растворѣ большого количества хлорнаго желѣза). Окрашенная борной кислотой куркумовая бумажка отъ щелочей принимаетъ зеленоваточерный цвѣтъ и снова восстанавливаетъ буроватокрасный цвѣтъ—отъ соляной кислоты.

Открытіе *титансовой кислоты* производится способомъ, указаннымъ при количественномъ ея опредѣленіи (I, Г).

В. Общій ходъ анализа силикатовъ.

Химическій анализъ силиката начинается обыкновенно отдѣленіемъ кремнекислоты (I, Б, а), и въ полученномъ растворѣ опредѣляютъ основанія, начиная съ болѣе слабыхъ; кислоты же чаще всего опредѣляются въ отдѣльныхъ порціяхъ силиката (I, Г). При анализѣ неразлагаемыхъ кислотами силикатовъ, сплавлявшихся со щелочами, очевидно, эти щелочи не могутъ быть опредѣлены въ полученномъ по отдѣленіи кремнекислоты растворѣ и опредѣляются изъ отдѣльной пробы, которая для удаленія кремнекислоты обрабатывается при нагрѣваніи плавиковою кислотой и затѣмъ — сѣрной.

Реакція происходитъ слѣдующая: при дѣйствіи плавиковою кислотой на кремнеземъ образуется фтористый кремній, улетающійся при нагрѣваніи, и металлы переходятъ во фтористые и кремнефтористые, которые при дѣйствіи сѣрной кислоты даютъ сѣрнокислыя соли.

Кромѣ того, изъ отдѣльной порціи силиката опредѣляется также такъ называемая „потеря отъ прокаливанія“, т. е. количество летучихъ (при красномъ каленіи) веществъ. Хотя это опредѣленіе, вообще говоря, даетъ лишь сумму (количествъ) нѣсколькихъ веществъ; но оно потому уже является необходимымъ, что часто нѣкоторые изъ этихъ веществъ не опредѣляются въ отдѣльности.

Весьма часто силикатъ содержитъ такъ называемую „гигроскопическую воду“, которая также должна быть опредѣлена; но количество этой воды—какъ случайное (зависящее отъ степени гигроскопичности вещества и гигрометрическаго состоянія воздуха)—не входитъ въ общій счетъ составныхъ частей силиката (т. е. процентное содержаніе этихъ частей относится къ высушенной пробѣ).

Для опредѣленія *гигроскопической воды* около 2—5 гр. грубоизмельченнаго вещества нагревается въ воздушной банѣ при 100—120° (или болѣе продолжительное время въ эксикаторѣ надъ сѣрной кислотой)—до постояннаго вѣса (о высушиваніи—см. I, А, ж, о взвѣшиваніи—I, А, б).

Продолжительность нагреванія зависитъ, конечно, отъ степени гигроскопичности вещества; напр. первое нагреваніе—2 часа и послѣдующія—по 1 часу. Максимальная температура нагреванія зависитъ отъ природы вещества *) (см. спеціальную часть курса). Такъ какъ высушенное вещество (особенно въ порошокъ) бываетъ очень гигроскопично, то не слѣдуетъ высушивать весь запасъ, приготовленный для анализа; если же вещество получено въ мокромъ видѣ, то передъ измельченіемъ его слѣдуетъ высушить на воздухѣ. Во всякомъ случаѣ, для возможности поправокъ результатовъ анализа на влажность, запасъ вещества для анализа долженъ храниться въ закупоренной стеклянкѣ.

а) Опредѣленіе потери отъ прокаливанія. При прокаливаніи выделяется гидратная вода, при содержаніи фтора въ силикатѣ—также фтористый кремній, иногда—сѣра (въ видѣ сѣрнистаго газа изъ многосѣрнистыхъ соединений),—органическія вещества (битумы) и углекислота (изъ мергелей). При содержаніи въ силикатѣ закиси желѣза, отъ превращенія ея въ окись можетъ произойти увеличеніе вѣса при прокаливаніи.

Для опредѣленія потери отъ прокаливанія около 1—3 гр. (не болѣе половины тигля) грубоизмельченнаго вещества нагревается во взвѣшенномъ платиновомъ тиглѣ сначала по-

*) Нѣкоторые силикаты (подобно нѣкоторымъ солямъ) уже надъ сѣрной кислотой теряютъ часть своей кристаллизаціонной воды.

степенно (въ особенности при невысушенномъ веществѣ), затѣмъ—до яркокраснаго каленія—около $\frac{1}{4}$ часа; въ присутствіи органическихъ веществъ—накаливаніе наклоннаго полуоткрытаго тигля и помѣшиваніе силиката (I, А, ж)—до полного сгорания этихъ веществъ; при содержаніи углекислыхъ солей—накаливаніе на паяльной лампѣ около $\frac{1}{2}$ часа. Затѣмъ слѣдуетъ охлажденіе въ эксикаторѣ, взвѣшиваніе, вторичное прокаливаніе (при меньшей продолжительности) и т. д.—до постоянного вѣса. При содержаніи фтора или сѣры въ силикатѣ къ нему прибавляется взвѣшенное количество окиси или перекиси свинца (см. I, Г).

Чтобы имѣть понятіе объ относительномъ количествѣ летучихъ веществъ, удаляемыхъ при прокаливаніи, нѣкоторыя изъ этихъ веществъ могутъ быть опредѣлены въ отдѣльности:

1) Для *прямаго опредѣленія воды* 1 грам. силиката смѣшиваютъ съ 2 гр. прокаленной буры и нагреваютъ въ шариковой трубкѣ, въ струѣ лишеннаго углекислоты и высушеннаго воздуха, и выдѣляющіеся пары воды поглощаютъ хлористымъ кальціемъ (Schranz).

Соединеніе частей прибора: газометръ съ воздухомъ, поглотитель для углекислоты съ растворомъ ѣдкаго кали, поглотитель для воды съ крѣпкой сѣрной кислотой, тугоплавкая стеклянная трубка для накаливанія вещества, 2 хлоръ-кальціевыхъ трубки. Хлористый кальцій часто содержитъ свободную известь, которая передъ опытомъ должна быть насыщена пропусканіемъ черезъ хлористый кальцій продолжительное время тока углекислоты.

Порядокъ опыта: помѣщаютъ въ тугоплавкую трубку 1 гр. предварительно высушеннаго вещества (смѣшаннаго съ бурой), соединяютъ части прибора (при помощи каучуковыхъ трубокъ, а съ тугоплавкой трубкой—при помощи пробокъ); удостовѣряются, держитъ ли приборъ (при закрытомъ зажимѣ у хлоръ-кальціевой трубки и открытомъ кранѣ газометра послѣ нѣкотораго времени выдѣляющіеся черезъ ѣдкое кали пузырьки прекращаются); взвѣшиваютъ хлоръ-кальціевыя трубки (при закрытыхъ зажимахъ) и снова вводятъ въ приборъ (открываютъ зажимы); пускаютъ медленный токъ воздуха (пузырьки въ ѣдкомъ кали можно еще считать); нагреваютъ вещество сначала постепенно, потомъ до яркокраснаго каленія—пока не перестаютъ въ переднемъ концѣ тугоплавкой трубки появляться капли воды (удаляются нагреваніемъ этого

конца); при значительномъ содержаніи углекислыхъ солей въ веществѣ сильное накаливаніе нужно продолжать до $1\frac{1}{2}$ часа; охлажденіе прибора при медленномъ токъ воздуха; взвѣшиваніе хлоръ-кальціевыхъ трубокъ.

2) При содержаніи фтора или сѣры въ силикатѣ описанный опытъ измѣняется лишь въ томъ отношеніи, что къ силикату примѣшиваютъ взвѣшенное количество окиси свинца *); количество же фтора и сѣры опредѣляется по описаннымъ ниже методамъ (см.: I, Г).

3) Опредѣленіе закиси желѣза указано далѣе (I, В, в, 5).

4) Методы опредѣленія углекислоты описаны въ спеціальной части курса (анализъ известняковъ и мергелей).

5) Опредѣленіе органическихъ веществъ (битумовъ) можно было бы производить по методамъ органическаго элементарнаго анализа (напр. сжиганіемъ съ окисью мѣди въ струѣ кислорода); но эти методы по сложности ихъ выполненія рѣдко примѣняются при техническихъ изслѣдованіяхъ, и о количествахъ органическихъ веществъ судятъ „по разности“.

Прокаленную пробу не слѣдуетъ употреблять для анализа, потому что отъ прокаливанія разлагаемость силикатовъ обыкновенно измѣняется (напр. для многихъ водныхъ силикатовъ—уменьшается, для мергелей же—увеличивается).

б) Опредѣленіе кремнекислоты. Методы отдѣленія кремнекислоты въ разлагаемыхъ и неразлагаемыхъ кислотами силикатахъ указаны выше (см.: I, Б); здѣсь же слѣдуетъ обратить вниманіе на тѣ обстоятельства, которыя оказываютъ вліяніе на точность анализа. Прежде всего слѣдуетъ указать на то, что разлагаемость силикатовъ кислотами есть понятіе относительное. Такимъ образомъ, эта разлагаемость зависитъ отъ рода кислоты; чаще всего берутъ соляную кислоту въ виду полученія удобнаго для производства дальнѣйшаго анализа солянокислаго раствора. Но и по отношенію къ одной и той же кислотѣ раздѣленіе силикатовъ на разлагаемые и неразлагаемые нельзя считать точнымъ; на самомъ дѣлѣ, въ большинствѣ случаевъ при обработкѣ кислотой силикатовъ первой группы остается небольшая часть неразложеннаго силиката, и, наоборотъ, при продолжительномъ дѣйствіи ки-

*) Еще лучше—хромовосвинцовой соли (Schranz).

слоты (особенно при нагрѣваніи) на силикаты 2-й группы происходитъ отчасти разложеніе силиката *).

Во-вторыхъ, указанный выше методъ отдѣленія кремнекислоты переводомъ ее въ нерастворимое состояніе посредствомъ высушиванія и нагрѣванія также не можетъ считаться точнымъ. Съ одной стороны, при недостаточномъ нагрѣваніи, значительная часть кремнекислоты остается въ кислотѣ растворѣ, съ другой, при слишкомъ сильномъ нагрѣваніи, нѣкоторыя (слабыя) основанія отчасти переходятъ въ нерастворимое состояніе; кромѣ того, сама осаждающаяся кремнекислота имѣетъ способность удерживать нѣкоторое количество оснований и солей изъ раствора. Такимъ образомъ, при точномъ анализѣ приходится испытывать на чистоту какъ кремнекислоту, такъ и осаждаемая затѣмъ основанія.

Изъ сказаннаго выше видно, что въ большинствѣ случаевъ наиболѣе правильное представленіе о силикатахъ будетъ состоять въ разсмотрѣніи ихъ какъ смѣси разлагаемыхъ силикатовъ съ неразлагаемыми.

1) *Отдѣленіе кремнекислоты въ разлагаемыхъ силикатахъ.* Отъ 1 до 3—5 грам. тонко измельченнаго силиката всыпается въ небольшую, но глубокую чашечку.

Чѣмъ больше навѣска, тѣмъ меньше вліяютъ неточности анализа на результатъ, но зато тѣмъ труднѣе промыть осадки и прокалить ихъ въ небольшомъ тиглѣ. Навѣску въ 3—5 грам. берутъ въ томъ случаѣ, если имѣется въ виду по отдѣленіи кремнекислоты раздѣлить растворъ на нѣсколько частей (см.: далѣе).

Вещество смачиваютъ водой, приливается средней концентраціи (1: 3) соляная кислота, и все нагрѣвается на водяной банѣ при постоянномъ помѣшиваніи стеклянной палочкой, пока не перестанутъ ощущаться крупинки.

Свойства осадка и раствора. Гидратъ кремнекислоты выдѣляется или въ видѣ студня, или клочковатый, или даже

*) Въ частныхъ же случаяхъ (и при соблюденіи опредѣленныхъ условій) дѣйствіе кислотъ на силикаты можетъ служить даже средствомъ для раздѣленія минераловъ сложной породы (см.: спеціальн. часть курса).

порошкообразный. Въ особенности въ первомъ случаѣ необходимо тщательное перемѣшиваніе, такъ какъ студень обволакиваетъ крупинки вещества и затрудняетъ дѣйствіе на нихъ кислоты.

Выдѣленный изъ силикатовъ гидратъ немного растворимъ въ водѣ (1:5000) и еще болѣе въ кислотахъ; послѣ высушиванія при 100° (причемъ въ немъ остается 6—10° воды) въ водѣ почти не растворяется, а въ кислотахъ очень мало, въ особенности при нагреваніи нѣсколько выше 100° ; въ щелочахъ (и углекислыхъ щелочахъ) при нагреваніи вполне растворяется.

Соли слабыхъ основаній (глинозема, окиси желѣза) при нагреваніи значительно выше 100° постепенно теряютъ элементы кислоты и даютъ основныя соли, нерастворимыя въ водѣ и очень трудно въ кислотахъ, и тѣмъ болѣе, чѣмъ выше температура (появленіе краснаго цвѣта при соляхъ желѣза).

Затѣмъ выпариваютъ жидкость досуха на водяной банѣ (перемѣшивая подѣ конецъ для ускоренія высушиванія) и наконецъ нагреваютъ минутъ 20 въ воздушной банѣ при 110 до 115° (не должно слышаться кислотнаго запаха). Полученную массу смачиваютъ крѣпкой соляной кислотой, покрываютъ часовымъ стекломъ и оставляютъ стоять нѣсколько часовъ (лучше—втеченіе сутокъ) для превращенія основныхъ солей въ среднія.

Превращеніе основныхъ солей въ среднія происходитъ тѣмъ труднѣе, чѣмъ выше была температура воздушной бани; съ другой стороны, при очень низкой температурѣ часть кремнекислоты можетъ перейти въ растворъ. Повидимому это послѣднее обстоятельство зависитъ отъ формы выдѣленной кремнекислоты.

Разбавляютъ содержимое водой, подогреваютъ, послѣ непродолжительнаго отстаиванія сливаютъ жидкость на фильтръ, подѣ конецъ сбрасываютъ туда же (при помощи промывалки) осадокъ и промываютъ его горячей водой до тѣхъ поръ, пока капля изъ подѣ воронки не перестанетъ давать мути съ ляписомъ на часовомъ стеклышкѣ (на фильтрѣ кремнекислота, въ растворѣ--основанія).

Для болѣе полного удаленія основныхъ солей совѣтуютъ также въ началѣ промыванія кремнекислоты подкислять воду соляной кислотой; причемъ конецъ промыванія опредѣляется выпариваніемъ нѣсколькихъ капель изъ подъ воронки на платиновой крышкѣ.

Чаще наблюдается обратное явленіе, а именно—неполное отдѣленіе кремнекислоты, часть которой осаждается впослѣдствіи—съ глиноземомъ и даже съ известью; въ особенности это замѣчалось при большомъ содержаніи въ силикатѣ магnezіи (Gilbert), а также щелочей (см. ниже—сплавление съ углекислыми щелочами); причемъ не помогаетъ даже высокая температура нагрѣванія кремнекислоты, такъ какъ въ этомъ случаѣ, съ одной стороны, часть основныхъ солей примѣшивается къ кремнекислотѣ, а съ другой—часть кремнекислоты переводится въ растворъ. Приведенные результаты объясняются вторичнымъ образованіемъ (при выпариваніи кислоты) силикатовъ щелочей (и магnezіи), не разлагаемыхъ нагрѣваніемъ. Во всякомъ случаѣ, послѣ опредѣленія глинозема и окиси желѣза слѣдуетъ дѣлать пробу на содержаніе въ нихъ кремнекислоты (см. ниже).

2) *Отдѣленіе кремнекислоты въ неразлагаемыхъ силикатахъ.* Отвѣшиваютъ въ отдѣльномъ тиглѣ около $\frac{1}{2}$ до 1 грам. тонко измельченнаго силиката; на дно платинового тигля, назначеннаго для сплавленія массы, насыпаютъ немного сухой соды, затѣмъ слоями—отвѣшенное (въ отдѣльномъ тиглѣ) вещество и соду, перемѣшиваютъ осторожно стеклянной палочкой (промытой аміакомъ и высушенной); сверху снова насыпаютъ соды (о которую вытираютъ крупинки вещества со стеклянной палочки) съ такимъ расчетомъ, чтобы общее количество соды было около 4 разъ больше, чѣмъ силиката.

Навѣска вещества для анализа соразмѣряется съ объемомъ тигля, чтобы вся масса занимала не болѣе $\frac{2}{3}$ тигля.

Очень чистая сода получается прокаливаніемъ двууглекислой соды. Если взять смѣсь соды и поташа, то сплавленіе происходитъ при болѣе низкой температурѣ (достаточно горѣлки Бунзена), но не такъ спокойно, какъ при одной содѣ. (Кромѣ того, соли натрія не такъ упорно удерживаются осадками, какъ соли калия).

При большомъ содержаніи фтора въ силикатѣ количество прибавляемой соды должно быть не менѣе 6 ч. на 1 ч. вещества (см. Г, в).

Покрытый тигель нагревают постепенно на горелке сначала по окружности тигля (для избежания вспучивания от выделения углекислоты), затем—до яркокраснаго казенія; оканчивают прокаливание на паяльномъ столѣ—до полного расплавления массы (при большомъ содержаніи глинозема получается лишь спекшаяся масса—накаливание около $1\frac{1}{2}$ часа). По нѣкоторомъ охлажденіи тигля, кладутъ его въ чашку *), приливаютъ воды, даютъ нѣсколько размокнуть массѣ (лучше—въ теченіе сутокъ), вынимаютъ и выполаскиваютъ тигель, покрываютъ чашку стекломъ (для избежания разбрызгиванія), приливаютъ по каплямъ соляной кислоты **), пока не окончится шипѣніе, смываютъ брызги со стекла въ чашку и нагреваютъ чашку на водяной банѣ при постоянномъ помѣшиваніи, пока не перестанутъ ощущаться крупинки.

Если сплавленная масса имѣетъ зеленый цвѣтъ, т. е. содержитъ марганцовистый натръ, то по прилитіи соляной кислоты отъ выделяющагося хлора портится тигель. Для избежания этого слѣдуетъ предварительно прилить немного спирту, чтобы возстановить образовавшуюся марганцовую кислоту.

Далѣе слѣдуетъ выпариваніе досуха и нагреваніе въ воздушной банѣ при $110-115^{\circ}$ для перевода кремнекислоты въ нерастворимое состояніе, обработка соляной кислотой и отфильтровываніе кремнезема по правиламъ, изложеннымъ выше при отдѣленіи кремнезема въ разлагаемыхъ силикатахъ (I, B, б, 1).

Разложеніе силикатовъ борной кислотой. Имѣя въ виду нѣкоторыя неудобства разложенія силикатовъ посредствомъ углекислыхъ щелочей и накопленіе щелочныхъ солей въ растворѣ (необходимость опредѣлять щелочи изъ отдѣльной порціи вещества),—предлагаютъ производить разложеніе по-

*) Отставанію массы отъ тигля способствуетъ быстрое охлажденіе тигля (напр. струей воздуха) и вторичное сплавленіе массы у стѣнокъ послѣ остыванія.

**) При обработкѣ сплава сразу соляной кислотой выделяется желеобразная кремнекислота, болѣе способная ко вторичному образованію при высушиваніи силикатовъ щелочей и магнезій (см. выше—Lindo).

средствомъ борной кислоты. Для этой цѣли (по Januash'у и Heidenreich'у) 1 гр. вещества смѣшивается съ 3—4 кратнымъ количествомъ борнаго ангидрида (перекристаллизованной, прокаленной и измельченной борной кислоты), прокаливается въ платиновомъ тиглѣ; сплавъ переносится въ чашку, обрабатывается горячей водой и затѣмъ крѣпкой соляной кислотой (1 ч. на 4 ч. воды), перемѣшивается и выпаривается (при помѣшиваніи) на водяной банѣ досуха. Всѣ эти операціи производятся почти въ томъ же видѣ, какъ и при сплавленіи съ содой. Полученный остатокъ обливается метиловымъ спиртомъ, насыщеннымъ (на холоду сухимъ) хлористоводороднымъ газомъ, перемѣшивается и слабо нагрѣвается (до 75—80° С), причемъ борная кислота удаляется въ видѣ бѣлыхъ паровъ (метиловаго эфира); по испареніи жидкости приливаютъ новое ея количество, и операцію повторяютъ (3—4 раза) до тѣхъ поръ, пока пламя (горѣлки, поднесенной къ парамъ) не перестанетъ окрашиваться въ зеленый цвѣтъ. Такъ какъ во время нагрѣванія борная кислота отлагается на болѣе холодныхъ краяхъ чашки, то жидкость нужно постоянно перемѣшивать; по этой причинѣ рекомендуется вести нагрѣваніе въ платиновой чашкѣ. Оставшуюся солеобразную массу нагрѣваютъ при 110—115° для перевода кремнекислоты въ нерастворимое состояніе; затѣмъ слѣдуетъ обработка соляной кислотой и отфильтровываніе кремнекислоты по выше изложеннымъ правиламъ.

Противъ примѣненія описаннаго способа разложенія силикатовъ при техническомъ анализѣ дѣлается главнымъ образомъ то возраженіе, что на удаленіе борной кислоты тратится очень много времени и что разложеніе удастся только при очень тщательномъ измельченіи веществъ и то далеко не для всѣхъ силикатовъ. Вообще для начинающихъ можно рекомендовать только тѣ методы технического анализа, которые вполне установились и хорошо изучены въ подробностяхъ (какъ напр. разложеніе силикатовъ углекислыми щелочами).

3) *Отдѣленіе кремнекислоты въ смѣси разлагаемыхъ и неразлагаемыхъ силикатовъ.* (Если требуется опредѣлить общее содержаніе кремнекислоты, то это отдѣленіе, конечно, производится по способу, только-что описанному для неразлагаемыхъ силикатовъ).

Если требуется отдѣльно опредѣлить содержаніе кремнекислоты въ разлагаемомъ силикатѣ и неразлагаемый силикатъ, то поступаютъ слѣдующимъ образомъ. Сперва отдѣляютъ

кремнекислоту разлагаемаго силиката (по I, В, б, 1). Въ полученномъ окончательно растворѣ находятся *основанія (и кислоты) разлагаемаго силиката*; на фильтрѣ же кромѣ кремнекислоты разлагаемаго силиката находится еще неразлагаемый силикатъ (и кварцъ). Для раздѣленія ихъ смываютъ осадокъ съ фильтра (развернувъ его на ладони) въ чашку *), обливаютъ крѣпкимъ растворомъ соды (1 ч. крист. соды на 10 ч. воды), кипятятъ часа два (укрѣпивъ выше чашки опрокинутую воронку), сливаютъ растворъ на новый фильтръ; на осадокъ снова наливаютъ раствора соды, кипятятъ и т. д. — до тѣхъ поръ (2—3 раза), пока стекающая изъ-подъ воронки жидкость не перестанетъ давать мути съ нашатыремъ. Наконецъ споласкиваютъ на фильтрѣ осадокъ и хорошенько промываютъ его (и фильтръ) *) горячей водой (пока нѣсколько капель изъ-подъ воронки не перестанутъ давать остатка при выпариваніи на платиновой крышкѣ). Такимъ образомъ на фильтрѣ останется неразложенный силикатъ (и кварцъ), а кремнекислота отъ разложеннаго силиката находится въ растворѣ въ видѣ растворимаго силиката натрія, образовавшагося при кипяченіи съ содой (съ вытѣсненіемъ углекислоты).

Для выдѣленія кремнекислоты изъ раствора подкисляютъ его (осторожно, подъ стекломъ) соляной кислотой до слабо кислой реакціи, выпариваютъ досуха, нагрѣваютъ въ воздушной банѣ при 120° , обрабатываютъ водой, фильтруютъ и промываютъ; на фильтрѣ *кремнекислота изъ разлагаемаго силиката*.

Находящійся на другомъ фильтрѣ неразлагаемый силикатъ можетъ быть прокаленъ и взвѣшенъ (по I, А, ж). Если же желаютъ отдѣлить кремнеземъ и въ этомъ силикатѣ, то сплавляютъ его съ содой (по I, В, б, 2). Въ этомъ случаѣ мы окончательно получаемъ два осадка кремнекислоты и два

*) Если нельзя смыть всего осадка, то снимаютъ его, насколько можно, а фильтръ высушиваютъ, сжигаютъ и золу присоединяютъ къ осадку. Прокаливать же всего осадка не слѣдуетъ, такъ какъ прокаленная кремнекислота труднѣе растворяется въ содѣ.

*) На тщательное промываніе фильтра (пропитаннаго содой) слѣдуетъ обратить вниманіе.

раствора съ основаніями (и кислотами) разлагаемаго и неразлагаемаго силикатовъ. Растворы эти могутъ быть смѣшаны, или же анализированы отдѣльно въ зависимости отъ разрѣшаемой анализомъ задачи.

Описанный способъ отдѣленія кремнезема разлагаемаго силиката часто упрощаютъ такимъ образомъ, что полученную первоначально на фильтрѣ смѣсь неразлагаемаго силиката и кремнезема разлагаемаго силиката прокаливаютъ и взвѣшиваютъ; потомъ кипятятъ съ содой для отдѣленія кремнезема разлагаемаго силиката, профильтровываютъ; остатокъ неразлагаемаго силиката прокаливаютъ и взвѣшиваютъ; количество же кремнезема разлагаемаго силиката опредѣляютъ по разности. Однако при этомъ способѣ количество кремнезема разлагаемаго силиката обыкновенно получается менѣе дѣйствительнаго, такъ какъ послѣ прокаливанія онъ уже гораздо труднѣе растворяется въ углекислыхъ щелочахъ.

Только что описанный способъ отдѣленія кремнезема можетъ служить такъ сказать *химическимъ способомъ раздѣленія минераловъ* въ породѣ; но при этомъ нужно имѣть въ виду указанное раньше обстоятельство, что чрезвычайно рѣдко встрѣчаются минералы, которые вполне были бы разлагаемы (нефелинъ, лейцитъ) или неразлагаемы (полевоі шпатъ, авгитъ) кислотами.

Гораздо болѣе важное значеніе имѣетъ описанный способъ при опредѣленіи вообще количества разлагаемаго силиката (кремнезема) въ естественныхъ или искусственныхъ продуктахъ *).

4) *Опредѣленіе кремнекислоты.* Отдѣленная однимъ изъ указанныхъ способовъ (1), 2), 3)) кремнекислота высушивается на воронкѣ, кладется вмѣстѣ съ фильтромъ во взвѣшенный платиновой тигель и прокаливается (по I, А, ж, 3).

Свойства кремнезема. Промытый на фильтрѣ кремнеземъ уже во влажномъ видѣ долженъ быть совершенно безцвѣтенъ; въ высушенномъ состояніи онъ представляетъ аморфный порошокъ настолько рыхлый, что легко уносится токомъ воздуха—причина, почему кладется въ тигель завернутымъ въ фильтру и до выдѣленія летучихъ продуктовъ

*) См. Спеціальн. часть курса,—анализъ глинъ и гидравлическихъ продуктовъ.

долженъ быть нагрѣваемъ крайне осторожно. Нужно также имѣть въ виду, что высушенный (осажденный) кремнеземъ очень гигроскопиченъ.

Послѣ прокаливанія нѣсколько остывшій тигель охлаждается въ эксикаторѣ и взвѣшивается. По вычетѣ вѣса золы фильтра получаемъ вѣсъ безводнаго кремнезема.

5) *Испытаніе чистоты кремнезема*, если является въ этомъ сомнѣніе (въ присутствіи окисловъ желѣза объ этомъ можно судить уже по окрашиванію влажнаго осадка), производится слѣдующимъ образомъ. Содержимое тигля высыпается въ платиновую чашечку, обливается плавиковой кислотой, которая выпаривается досуха на водяной банѣ. Остатокъ смачивается сѣрной кислотой, избытокъ которой удаляется прокаливаніемъ; полученные сѣрнокислыя соли взвѣшиваются и анализируются.

Если остатокъ обработать сѣрной кислотой, разбавить водой и прокипятить, то въ осадкѣ остается обыкновенно титановая кислота (рѣже сѣрнокислый баритъ или известь *), въ фильтратѣ же опредѣляются основанія. Можно также убѣдиться въ чистотѣ кремнезема раствореніемъ его въ кипящемъ растворѣ соды.

в) Опредѣленіе слабыхъ основаній (глинозема, окиси желѣза и марганца). Такъ какъ марганецъ встрѣчается въ силикатахъ гораздо рѣже алюминія и желѣза (или же въ ничтожныхъ количествахъ), въ присутствіи же его усложняется опредѣленіе послѣднихъ, то прежде всего дѣлается *проба на марганецъ* (см.: I, Б, б). При отсутствіи марганца глиноземъ и окись желѣза осаждаются посредствомъ аміака и опредѣляется сумма ихъ; затѣмъ они растворяются въ соляной кислотѣ и количество окиси желѣза опредѣляется объемнымъ путемъ (титрованіемъ), глиноземъ—по разности.

Можно сразу (въ первоначальномъ растворѣ) отдѣлить окись желѣза отъ глинозема, вливая этотъ растворъ въ избытокъ кипящаго раствора ѣдкаго кали (причемъ гидратъ окиси желѣза осаждается, а глиноземъ образуетъ растворимый алю-

*) См.: Г, а,—ж,—опред. сѣрной и титановой кислотъ.

минать калия). Но этотъ способъ рѣдко примѣняется въ техническомъ анализѣ какъ по затруднительности фильтрованія сильно щелочного раствора, такъ и вслѣдствіе того обстоятельства, что осадокъ окиси желѣза удерживаетъ значительное количество щелочи (приходится его растворить въ соляной кислотѣ и осадить аміакомъ).

Если для анализа взято 3 грам. (и болѣе) силиката, то для опредѣленія основаній берется только часть раствора, полученнаго послѣ отдѣленія кремнекислоты (см. далѣе — титрованіе желѣза).

1) *Отдѣленіе глинозема и окиси желѣза при отсутствіи марганца.* Въ присутствіи соли закиси желѣза (проба капли раствора на часовомъ стеклѣ красной солью—синее окрашивание или осадокъ) для превращенія ея въ соль окиси нагрѣваютъ растворъ до кипѣнія и въ кипящую жидкость приливаютъ нѣсколько капель дымящейся азотной кислоты. Причемъ объ окисленіи желѣза можно уже судить по переходу свѣтлозеленаго цвѣта раствора въ желтый; но лучше повторить пробу на закись желѣза. Глиноземъ и окись желѣза осаждаютъ въ видѣ гидратовъ посредствомъ аміака; для этого въ горячій растворъ приливаютъ по каплямъ аміаку (при помѣшиваніи) до появленія исчезающаго запаха. Въ случаѣ сильнаго запаха кипятятъ растворъ.

Свойства осадка. Гидратъ глинозема представляетъ прозрачный бѣлый осадокъ, удерживающій небольшое количество кислотъ (изъ соли) и щелочи, отъ которыхъ трудно отмывается; въ водѣ не растворимъ, въ аміакѣ немного растворимъ, растворимость уменьшается въ присутствіи аміачныхъ солей. Въ кислотахъ свѣже осажденный легко растворяется, но послѣ нѣкотораго стоянія (даже подъ жидкостью) гораздо труднѣе; на воздухѣ усыхаетъ. Въ кали и натрѣ легко растворимъ. Гидратъ окиси желѣза—свѣжеосажденный—представляетъ краснобурый сильно усыхающій осадокъ; не растворимъ въ водѣ, слабыхъ щелочахъ, аміакѣ и аміачныхъ соляхъ, но легко—въ кислотахъ. При осажденіи постоянными щелочами часть ихъ увлекается осадкомъ (поэтому для осажденія употребляется аміакъ).

*) Тоже происходитъ при содержаніи въ аміакѣ углекислаго амонія (отъ углекислоты воздуха,—см. реактивы). Небольшой же избытокъ аміаку не вредитъ, такъ какъ образовавшаяся углекислая известь при кипяченіи разлагается нашатыремъ.

Примѣчанія. Въ особенности осторожно нужно приливать аміакъ при большомъ избыткѣ кислоты въ растворѣ для избѣжанія разбрызгиванія; въ этомъ случаѣ лучше часть кислоты удалить выпариваніемъ.

Избытокъ аміаку долженъ быть избѣгаемъ по двумъ причинамъ: во-первыхъ, глиноземъ отчасти растворимъ въ аміакѣ, во-вторыхъ, въ щелочномъ растворѣ находится ѣдкая известь, которая, поглощая углекислоту воздуха, дастъ осадокъ углекислой соли *). Такъ какъ при кипяченіи нашатырь разлагается глиноземомъ съ выдѣленіемъ аміака, то нужно стараться сразу не приливать большого избытка аміаку и тотчасъ фильтровать, тѣмъ болѣе что отъ продолжительнаго кипяченія осадокъ дѣлается слизистымъ и плохо отдѣляется отъ жидкости. Можно также избытокъ аміака (по Финкнеру) нейтрализовать уксусной кислотой до *слабо* кислой реакціи.

Давъ *недолго* отстояться осадку, горячій еще растворъ сливаютъ на фильтръ; на осадокъ наливается горячая вода, взбалтывается, послѣ непродолжительнаго осажденія осадка сливается на фильтръ; декантациа повторяется 3—4 раза, и затѣмъ смываютъ на фильтръ осадокъ и промываютъ его горячей водой (проба ляписомъ въ подкисленной азотной кислотой каплѣ).

Промываніе декантацией необходимо вслѣдствіе затруднительности хорошо промыть на фильтрѣ желеобразный осадокъ. При большомъ содержаніи глинозема въ осадкѣ послѣдній трудно пропускаетъ промывную воду; въ этомъ случаѣ нѣкоторые совѣтуютъ дать осадку немного подсохнуть и потомъ продолжать промываніе.

Если вслѣдствіе продолжительнаго кипяченія часть осадка плотно пристала къ стѣнкамъ стакана, то отдѣляютъ его треніемъ палочки съ каучуковымъ наконечникомъ; если это не помогаетъ, то растворяютъ остатокъ въ каплѣ соляной кислоты и снова осаждаютъ аміакомъ.

2) *Отдѣленіе глинозема и окиси желѣза въ присутствіи марганца.* Въ этомъ случаѣ глиноземъ и окись желѣза нельзя отдѣлить въ видѣ гидратовъ, такъ какъ вмѣстѣ съ ними

*) Тоже происходитъ при содержаніи въ аміакѣ углекислаго амонія (отъ утлекислоты воздуха—см. реактивы). Небольшой же избытокъ аміаку не вредитъ, такъ какъ образовавшаяся углекислая известь при кипяченіи разлагается нашатыремъ.

осядетъ гидратъ закись-окиси марганца; для отдѣленія пользуются непрочностью нѣкоторыхъ (уксусныхъ, муравьиныхъ) солей глинозема и окиси желѣза, которыя при кипяченіи разлагаются и даютъ осадокъ основныхъ солей; соль же марганца остается въ растворѣ.

Фильтратъ по отдѣленіи кремнезема окисляютъ (если имѣется закись желѣза) при кипяченіи нѣсколькими каплями крѣпкой азотной кислоты; при большомъ содержаніи свободной кислоты, удаляютъ избытокъ кислотъ выпариваніемъ, осредняютъ содой (если растворъ сильно сгущенъ при выпариваніи, то разбавляютъ его водой). Жидкость при этомъ или свѣтлая, или—въ присутствіи большого количества желѣза—красная; если получится щелочная жидкость, то осредняютъ уксусной кислотой. Прибавляютъ уксуснонатріевой соли (не желая вводить постоянныхъ щелочей,—уксусноаміачной соли) до небольшого избытка и быстро нагреваютъ до кипѣнія (по прекращеніи выдѣленія углекислоты продолжаютъ кипяченіе не болѣе минуты: при продолжительномъ кипяченіи осадокъ дѣлается слизистымъ, неудобнымъ для фильтрованія). Послѣ непродолжительнаго осажденія сливаютъ жидкость на большой фильтръ, затѣмъ смываютъ на фильтръ осадокъ и раза 2—3 промываютъ горячей водой. (На фильтрѣ—основныя соли глинозема и окиси желѣза, въ фильтратѣ—марганецъ и всѣ другія основанія.

Свойства осадка. При соблюденіи вышеуказанныхъ правилъ основная соль глинозема осаждается вполне въ видѣ прозрачнаго осадка, не легко промываемаго и легко растворимаго въ соляной кислотѣ. При недостаточномъ количествѣ уксуснонатріевой соли осадокъ зернистый и фильтратъ содержитъ значительное количество глинозема.

Подобными же свойствами отличается краснобурый осадокъ основной соли желѣза, хотя промывается онъ легче глиноземнаго.

Примѣчанія. Къ водѣ для промыванія прибавляютъ уксуснонатріевой (аміачной) соли. Для предупрежденія охлажденія во время фильтрованія удобно примѣнять плантамурову воронку, стѣнки которой окружаются пространствомъ, наполненнымъ водой, подогреваемой горѣлкой.

Вообще для успѣха осажденія требуется: чтобы растворъ

былъ разбавленъ, свободная кислота нейтрализована, количество уксусно-натріевой (—аміачной) соли достаточно; кипяченіе быстрое, но не продолжительное.

При большомъ содержаніи марганца часть его удерживается осадкомъ; въ этомъ случаѣ, растворивъ осадокъ въ соляной кислотѣ, снова повторяютъ осажденіе. Во всякомъ случаѣ для полученія глинозема и окиси желѣза въ чистомъ видѣ окончательно осаждаютъ ихъ въ видѣ гидратовъ.

Осадокъ основныхъ солей растворяютъ на фильтрѣ слабой соляной кислотой (для ускоренія растворенія — горячей), фильтръ промываютъ водой, и изъ полученнаго раствора осаждаютъ гидраты глинозема и окиси желѣза аміакомъ, какъ указано выше, и промываютъ ихъ горячей водой. (На фильтрѣ—гидраты глинозема и окиси желѣза; фильтратъ прибавляется къ тому, изъ котораго осаждается известь).

3) *Опредѣленіе суммы глинозема и окиси желѣза.*

Полученный однимъ изъ описанныхъ способовъ (1 и 2) осадокъ глинозема и окиси желѣза высушиваютъ вмѣстѣ съ фильтромъ, высыпаютъ во взвѣшенный платиновый тигель, тщательно освобождая отъ фильтра, сжигаютъ фильтръ въ окислительномъ пламени горѣлки на платиновой проволокѣ (I, А, Ж, 1) или на платиновой крышкѣ (I, А, Ж, 2); золу собираютъ въ тигель и нагреваютъ его сначала слабо, закрытымъ (для избѣжанія разбрасыванія осадка) до удаленія воды, затѣмъ накаливаютъ въ *окислительномъ* пламени (при наклонномъ полуоткрытомъ тиглѣ), переворачивая осадокъ платиновой проволокой для сжиганія остатковъ фильтра. При правильномъ веденіи прокаливанія окись желѣза должна принять кирпично-красный цвѣтъ; при темномъ же цвѣтѣ осадка можно предполагать отчасти возстановленіе ея; для окисленія: охлаждаютъ тигель, смачиваютъ осадокъ азотной кислотой, *осторожно* выпариваютъ и наконецъ прокаливаютъ до красна (на горѣлкѣ).

Свойства глинозема. При прокаливаніи гидратъ теряетъ воду и даетъ рыхлую нѣжную на ощупь массу, при сильномъ каленіи—спекшіеся куски. Прокаленный глиноземъ трудно растворимъ въ слабыхъ кислотахъ, но растворяется послѣ настаиванія съ дымящейся соляной кислотой, а также при

нагрѣваніи съ сѣрной кислотой (смѣсь Митчерлиха), легче же всего послѣ сплавленія съ кислой сѣрно-каліевою солью.

Свойства окиси желѣза. При накаливаніи гидратъ также теряетъ воду (если высушенъ только съ поверхности, то можетъ произойти разбрасываніе); въ слабой соляной кислотѣ прокаленная окись растворяется медленно, быстрѣе въ концентрированной, въ особенности при нагреваніи (хуже при кипѣніи); къ сѣрной кислотѣ относится какъ глиноземъ. При накаливаніи съ углемъ восстанавливается.

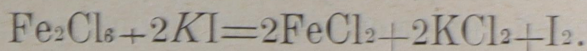
Примѣчаніе. Въ присутствіи сѣрной кислоты могла образоваться основная сѣрнокислая соль глинозема; въ этомъ случаѣ для удаленія кислоты требуется прокаливаніе на пальномъ столѣ 5—10 минутъ.

По взвѣшиваніи получаемъ сумму безводныхъ окисловъ глинозема и окиси желѣза.

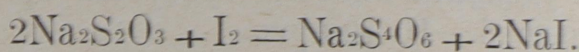
Повѣрка чистоты глинозема и окиси желѣза. Полученные окислы обыкновенно содержатъ небольшое количество кремнезема (известъ, магнезію и щелочи), а иногда фосфорную и титановую кислоту. При точномъ анализѣ для опредѣленія ихъ растираютъ содержимое тигля въ агатовой ступкѣ, затѣмъ нагреваютъ съ сѣрной кислотой (смѣсь Митчерлиха: 8 ч. сѣрной кислоты и 3 ч. воды) до улетучиванія большей части кислоты, разбавляютъ водой и нагреваютъ до растворенія глинозема (если трудно растворяется, то можно сплавить съ кислой сѣрнокаліевою солью); если останутся хлопья кремнекислоты, то ихъ отцѣживаютъ, промываютъ, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ (съ кремпекислотой можетъ остаться немного гипса,—повѣрка плавиковою кислотой). Изъ раствора глиноземъ и окись желѣза осаждаются аміакомъ, отцѣживаются, и полученный фильтратъ присоединяется къ тому раствору, изъ котораго опредѣляются известъ, магнезія и щелочи. Если предполагается присутствіе титановой или фосфорной кислоты, то раствореніе осадка глинозема и окиси желѣза и дальнѣйшая обработка производятся какъ указано при опредѣленіи ихъ (I, Г).

4) *Опредѣленіе окиси желѣза титрованіемъ.* Въ технику наиболѣе употребительны два способа титрованія желѣза: изъ соли закиси—при помощи минеральнаго хамелеона (спос. Маргерита) и изъ соли окиси—при помощи іодистаго калия и сѣрноватистонатріевої соли (спос. Мора). Такъ какъ въ

настоящемъ случаѣ мы получаемъ желѣзо въ видѣ окиси, то проще примѣнить способъ Мора; онъ состоитъ въ слѣдующемъ. Если къ соли окиси желѣза прибавить іодистаго калия, то произойдетъ возстановленіе соли окиси въ соль закиси съ выдѣленіемъ свободного іода.



Если къ полученному раствору прибавлять постепенно изъ бюретки (см. А, б) титрованного (извѣстной концентраціи) раствора сѣрноватистонатріевой соли, то произойдетъ слѣдующая реакція:



Для узнанія конца реакціи къ раствору приливается крахмальный клейстеръ, окрашивающійся свободнымъ іодомъ въ синій цвѣтъ; съ исчезаніемъ свободного іода исчезаетъ и это окрашивание. Такимъ образомъ, по количеству прилитой сѣрноватистонатріевой соли—по второму уравненію—можно опредѣлить количество свободного іода, а по количеству свободного іода—по первому уравненію—количество окиси желѣза.

Для *переведенія въ растворъ* остатка, полученнаго послѣ взвѣшиванія суммы глинозема и окиси желѣза (3), нагреваютъ его съ соляной кислотой; но послѣ сильнаго прокаливанія раствореніе крайне затруднительно (помогаетъ растираніе пестикомъ); энергичнѣе дѣйствуетъ сѣрная кислота (смѣсь Митчерлиха). Раствореніе всегда удается послѣ сплавленія остатка съ кислой сѣрнокалиевой солью (и обработкой сплава горячей водой).

Наконецъ, раствореніе происходитъ очень быстро, если къ окиси желѣза прибавить соляной кислоты и отвѣшенное количество чистой желѣзной проволоки (т. наз. цвѣточной); причемъ выдѣляющійся водородъ возстановляетъ желѣзо въ соль закиси, которую, если нужно, затѣмъ окисляютъ (см. ниже). Количество прибавленнаго желѣза, конечно, нужно принять во вниманіе при дальнѣйшемъ его опредѣленіи.

Имѣя въ виду переведеніе желѣза въ соль окиси, очень удобно ускорить раствореніе прибавленіемъ къ соляной кислотѣ хлорной воды (Bornträger).

Если раствореніе производится въ сѣрной кислотѣ, или при сплавленіи съ кислой сѣрнокалиевой солью, то титрова-

ніе желѣза производится хамелеономъ, возстановивъ соль окиси въ закись при помощи цинка и сѣрной кислоты, какъ указано ниже при описаніи титрованія хамелеономъ.

Проще (при техническомъ анализѣ) поступать слѣдующимъ образомъ: взявъ для анализа 3—5 гр. силиката, по отдѣленіи кремнезема влить фильтратъ въ полулитровую колбу, добавить водою до мѣтки, взболтать и взять отсюда пипеткой: 200 куб. сант. для опредѣленія основаній, 200—для титрованія желѣза и остальное оставить про запасъ *). Въ присутствіи соли закиси желѣза (проба красной солью) нужно ее окислить въ соль окиси; для этой цѣли нагрѣваютъ растворъ (кислый) въ колбѣ до кипѣнія и бросаютъ маленькіе кристаллики бертолетовой соли, пока не появится исчезающій запахъ хлора. Затѣмъ продолжаютъ кипяченіе, пока не исчезнетъ запахъ хлора **).

Для устранения нѣкоторой потери хлорнаго желѣза съ выдѣляющимися парами въ видѣ брызгъ—кипяченіе производится въ колбѣ. Опасаться же въ этомъ случаѣ потери вслѣдствіе улетучиванія хлорнаго желѣза, какъ показали опыты Talbot,—не слѣдуетъ.

Такъ какъ въ неразлагаемомъ кислотами силикатѣ щелочи опредѣляются изъ отдѣльной порціи, то полученная изъ нея при отдѣленіи основаній окись желѣза можетъ быть растворена въ кислотѣ въ свѣжеосажденномъ состояніи и пойти для титрованія.

Приготовление титрованного раствора сѣрноватисто-натріевой соли. Отвѣшиваютъ приблизительно 12 до 13 грам. кристаллической сѣрноватистонатріевой соли ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + 5\text{H}_2\text{O}$), помѣщаютъ въ литровую колбу, растворяютъ въ водѣ и разбавляютъ растворъ (при взбалтываніи) до мѣтки; потомъ переливаютъ растворъ въ бутылъ для храненія.

*) Имѣя также въ виду опредѣлить сѣрную кислоту, раздѣляютъ растворъ на три части.

**) Окислять въ этомъ случаѣ азотной кислотой нельзя, такъ какъ избытокъ ея трудно удалить,

Конечно, чѣмъ болѣе разбавленъ титрованный растворъ, тѣмъ меньше будетъ вліять ошибка въ отсчитываніи положенія мениска (въ бюреткѣ) на результатъ, но съ другой стороны тѣмъ менѣе рѣзокъ конецъ реакціи. При большой чувствительности такого индикатора, какъ крахмальный клейстеръ, есть возможность брать растворъ сѣрноватистонатріевой соли въ $\frac{1}{100}$ вѣса частицы (ок. $2\frac{1}{2}$ гр. на литръ); но такой растворъ можно рекомендовать только при очень малыхъ количествахъ желѣза въ силикатѣ; иначе при титрованіи придется много разъ наполнять бюретку.

Растворъ сѣрноватистонатріевой соли слѣдуетъ сохранять въ прохладномъ, недоступномъ дѣйствию прямыхъ солнечныхъ лучей мѣстѣ и защищать отъ доступа углекислоты воздуха, чтобы устранить постепенное уменьшеніе концентраціи. По этой же причинѣ отъ времени до времени слѣдуетъ провѣрять титръ раствора.

Для *установленія титра* сѣрноватистонатріевой соли производятъ титрованіе желѣза описаннымъ далѣе способомъ, но съ тою разницей, что для титрованія берется растворъ съ извѣстнымъ уже содержаніемъ желѣза. Для приготовленія его, растворяютъ въ соляной кислотѣ при нагреваніи 1,004 гр. очищенной (песочной бумагой) цвѣточной проволоки (соотвѣтственно 1 гр. желѣза), окисляютъ бертолетовой солью и изгоняютъ кипяченіемъ избытокъ хлора съ указанными выше предосторожностями. По охлажденіи вливаютъ этотъ растворъ въ колбу въ 250 куб. сант. вмѣстимости и разбавляютъ (при взбалтываніи) водою до мѣтки. Растворъ этотъ хранится въ закупоренной стеклянкѣ и служитъ для многократной провѣрки титра сѣрноватистонатріевой соли. Для каждого опыта берется пипеткой 25 куб. сант. раствора, соотвѣтствующихъ 0,1 гр. желѣза. Если при титрованіи на это количество пошло a куб. сант. сѣрноватистонатріевой соли, то, слѣдовательно, 1 куб. сант. сѣрноватистонатріевой соли соотвѣтствуетъ $\frac{0,1}{a}$ гр. желѣза, или $\frac{0,1 \times 160}{a \times 112}$ гр. окиси желѣза (послѣднее число пишется на стеклянкѣ).

Для *приготовленія крахмального* клейстера 1 ч. крахмала кипятится въ 100 ч. воды, и по отстаиваніи сливаютъ прозрачный растворъ. Желательно при всякомъ опредѣленіи имѣть свѣже-приготовленный крахмальный клейстеръ, такъ

какъ старый даетъ осадокъ и окрашивается іодомъ не въ синій, а въ бурый цвѣтъ.

Очень постоянный клейстеръ получается прибавленіемъ на литръ около 0,01 грам. іодистой ртути (Гастинъ).

Въ продажѣ можно найти также растворимый крахмалъ въ видѣ хорошо сохраняющагося тѣста; для опыта небольшое количество тѣста растворяютъ въ водѣ.

Употребляемый при опредѣленіи желѣза *іодистый калий* не долженъ содержать іодноватой соли, такъ какъ она съ кислотами также выдѣляетъ іодъ. Для испытанія обливаютъ іодистый калий слабой сѣрной кислотой; при этомъ не должно быть бураго окрашиванія.

Производство титрованія. Къ назначенному для титрованія раствору хлорнаго желѣза, находящемуся въ колбѣ (или бутылѣ), прибавляется около 1—2 гр. іодистаго калия; въ горлышко колбы вставляется запаянная воронка, наполненная холодной водой (или льдомъ), и колба нагрѣвается при 60—70° (въ чашкѣ на водяной банѣ) около $\frac{1}{2}$ часа для выдѣленія іода. Затѣмъ охлаждають колбу (подъ краномъ, смываютъ сгустившуюся на воронкѣ влагу), приливаютъ въ нее изъ бюретки сѣрноватистонатріевой соли, пока жидкость изъ бурокрасной не сдѣлается свѣтложелтой, прилитіемъ крахмального клейстера окрашиваютъ ее въ синій цвѣтъ и окончательно приливаютъ сѣрноватистонатріевой соли по каплямъ до исчезанія этого цвѣта. (При маломъ содержаніи желѣза крахмальный клейстеръ приливается въ началѣ титрованія).

Для полученія точнаго результата требуется соблюденіе слѣдующихъ условій. Растворъ хлорнаго желѣза долженъ быть или среднимъ, или слабокислымъ; при большомъ избыткѣ кислоты нельзя приливать сразу большое количество сѣрноватистонатріевой соли, такъ какъ она разлагается соляной кислотой съ выдѣленіемъ сѣры и сѣрнистой кислоты; щелочи же сами обезцвѣчиваютъ крахмальный клейстеръ. Крахмальный клейстеръ болѣе чувствителенъ при низкихъ температурахъ; поэтому передъ титрованіемъ нужно жидкость охладить. Количество прибавляемаго іодистаго калия должно быть въ такомъ избыткѣ, чтобы удержатъ выдѣлившійся іодъ въ растворѣ; можно считать достаточнымъ 1 гр. іодистаго калия на каждые 0,2 гр. окиси желѣза.

Умноживъ число куб. сант. прилитой сѣрноватистой соли на ея титръ (см. выше), получимъ количество окиси желѣза.

5) *Опредѣленіе закиси желѣза.* Если въ силикатѣ есть закись желѣза, то нужно опредѣлить ее отдѣльно и сдѣлать также поправку въ опредѣленной выше окиси желѣза, вычтя изъ нея количество окиси, соотвѣтствующее закиси. Опредѣленіе закиси желѣза затрудняется легкостью окисленія ея въ присутствіи кислорода воздуха.

Разлагаемый кислотами силикатъ можно обработать соляной кислотой въ атмосферѣ углекислоты. Для этой цѣли въ полулитровую колбу пропускается постоянный токъ углекислоты (напр. изъ ап. Киппа). По вытѣсненіи воздуха всыпаютъ въ колбу около 1 грам. изслѣдуемаго вещества и вливаютъ около 150 куб. сан. разбавленной (1:5) сѣрной кислоты. При непрерывномъ токѣ углекислоты нагреваютъ жидкость постепенно до кипѣнія, поддерживаемаго минутъ пять — до полного разложенія силиката. По охлажденіи жидкости (въ токѣ углекислоты) доливаютъ колбу дистиллированной (сильно прокипяченной) водой до мѣтки. Закрывъ колбу и давъ въ теченіе сутокъ отстояться жидкости, изъ освѣтлѣвшаго раствора берутъ пипеткой 200 куб. сан. для непосредственнаго титрованія хамелеономъ и другіе 200 куб. сан.—для титрованія послѣ возстановленія имѣющейся окиси въ закись (посредствомъ цинка и платины—см. далѣе).

Въ описанномъ ходѣ анализа слѣдуетъ обратить вниманіе на двѣ небольшія неточности, которыя при техническомъ анализѣ могутъ быть допущены. Во-первыхъ, мѣрительныя колбы не полагается нагревать, такъ какъ онѣ при этомъ постепенно измѣняютъ свой объемъ; поэтому для опредѣленія закиси желѣза слѣдуетъ предназначить особую колбу, объемъ которой время отъ времени нужно провѣрять. Во-вторыхъ, беря для титрованія лишь освѣтленную жидкость, мы неправильно опредѣляемъ количество ея, такъ какъ удѣльный вѣсъ порошка въ колбѣ значительно больше удѣльнаго вѣса жидкости; но нужно имѣть въ виду, что при фильтрованіи жидкости получается еще бѣльшая ошибка (отъ окисленія ея воздухомъ).

Для неразлагаемыхъ силикатовъ рекомендуютъ слѣдующій способъ. Навѣска тонкоизмельченнаго силиката обрабатывается при нагрѣваніи въ платиновой чашечкѣ плавиковою кислотою съ прибавленіемъ слабой сѣрной. Для предупрежденія доступа воздуха, ставятъ на водяную баню, поверхъ платиновой чашечки, гипсовый цилиндръ съ крышкой, черезъ отверстіе которой пропускается умѣренный токъ углекислоты, наполняющій цилиндръ. Полученный свободный отъ кремнезема растворъ титруется хамелеономъ.

Титрованіе закиси желѣза. Титрованіе желѣза хамелеономъ производится какъ для опредѣленія закиси желѣза, находящейся въ силикатѣ, такъ и для опредѣленія всего количества желѣза (вмѣсто титрованія сѣрноватистонатріевой солью). Оно основывается на слѣдующей реакціи въ кисломъ растворѣ:

$10\text{FeSO}_4 + 2\text{KMnO}_4 + 8\text{H}_2\text{SO}_4 = 5\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + 2\text{MnSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$. Конецъ реакціи узнается тѣмъ, что красный цвѣтъ приливаемого изъ бюретки хамелеона перестанетъ исчезать отъ взаимодѣйствія съ солью закиси желѣза.

Установленіе титра хамелеона. Отвѣшиваютъ около 5 грам. марганцово-каліевой соли, растворяютъ при нагрѣваніи въ водѣ, вливаютъ въ литровую колбу и разбавляютъ водою до черты. Сохраняется растворъ въ стеклянкѣ со стеклянной пробкой, въ отсутствіи солнечнаго свѣта. Хотя въ этихъ условіяхъ растворъ сохраняется хорошо, но имѣя въ виду попаданіе атмосферной пыли, слѣдуетъ провѣрять титръ каждую недѣлю.

Установленіе (и провѣрка) титра можетъ производиться при помощи: металлическаго желѣза, сѣрно-желѣзисто-аміачной соли или щавелевой кислоты; такъ какъ послѣднія двѣ соли требуютъ предварительной очистки, то можно предпочесть первый способъ. Отвѣшиваютъ 1,004 грам. (соотв. 1 гр. желѣза) тонкой очищенной цвѣточной проволоки, вносятъ въ колбу (въ 250 куб. сант.), въ которой находится около 100 куб. сант. разбавленной (1:5) сѣрной кислоты, прибавляютъ около 1 гр. двуугленатровой соли, затыкаютъ пробкой и слабо нагрѣваютъ до растворенія желѣза. Въ пробку вставлена тонкая стеклянная трубочка, на которую надѣта каучу-

ковая трубка. По прекращеніи нагрѣванія зажимаютъ каучукъ зажимомъ; по охлажденіи, вставивъ конецъ каучука въ прокипяченную воду, даютъ, открывая зажимъ, войти въ колбу водѣ до мѣтки (250 куб. сант.) и затѣмъ затыкаютъ колбу обыкновенной пробкой. Для титрованія хамелеономъ (указаннымъ далѣе способомъ) берутъ каждый разъ 50 куб. сант. раствора, соотвѣтствующихъ 0,2 гр. желѣза. Если при титрованіи на это количество пошло a куб. сант. хамелеона, то, слѣдовательно, 1 куб. сант. хамелеона соотвѣтствуетъ $\frac{0,2}{a}$ гр. желѣза или $\frac{0,2 \times 72}{a \times 56}$ гр. закиси желѣза (записывается на стклянкѣ).

Имѣя титрованный растворъ сѣрноватистонатріевой соли, можно при помощи него установить титръ хамелеона. Для этой цѣли опредѣленный объемъ раствора хамелеона приливаютъ по каплямъ къ раствору іодистаго калия, къ которому прибавлена соляная кислота; затѣмъ, титруя сѣрноватистонатріевой солью, опредѣляютъ количество выдѣлившагося іода (Фольгардъ).

Производство титрованія. Если производится опредѣленіе закиси желѣза, то берется растворъ, приготовленный какъ указано выше; если же количество *всего* желѣза опредѣляется титрованіемъ хамелеономъ, то полученный по обработкѣ сѣрной кислотой взвѣшеннаго осадка окиси желѣза и глинозема растворъ (4) возстановляется посредствомъ цинка и сѣрной кислоты. Для этого въ колбу съ растворомъ (содержащимъ избытокъ сѣрной кислоты) бросаютъ кусочекъ цинка (свободнаго отъ желѣза) и платиновую спираль или пластинку и слегка подогрѣваютъ до растворенія всего цинка *) (проба капли на часовомъ стеклѣ желтою солью). Во время нагрѣванія и охлажденія въ колбу пропускается углекислота. Титрованіе производится или въ самой колбѣ, или переливъ растворъ въ стаканъ. Для хамелеона употребляется или бюретка Гей-Люсака, или со стекляннымъ краномъ **), такъ

*) Если останется цинкъ, то часть желѣза можетъ осадиться на немъ.
**) Кранъ нельзя смазывать жиромъ.

какъ каучуковые зажимы восстанавливаютъ хамелеонъ. Во время приливанія хамелеона постоянно помѣшиваютъ стеклянной палочкой; когда окрашивание станетъ исчезать медленно, то приливаютъ хамелеонъ по каплямъ; конецъ реакціи—первое не исчезающее при помѣшиваніи красное окрашивание.

Для полноты реакціи требуется небольшой избытокъ свободной сѣрной кислоты, иначе можетъ появиться бурое окрашивание и даже бурый осадокъ перекиси марганца и окиси желѣза; то же происходитъ при быстромъ прилитіи хамелеона, или недостаточномъ перемѣшиваніи раствора (отъ дѣйствія марганцовой кислоты), или если растворъ соли желѣза недостаточно разбавленъ. Азотной и соляной кислотъ не должно быть: первая сама окисляетъ закись желѣза, вторая раскисляетъ минеральный хамелеонъ, выдѣляя хлоръ, тоже окисляющій закись желѣза *). Появившееся по окончаніи реакціи красное окрашивание обыкновенно черезъ нѣсколько времени исчезаетъ; происходитъ это отъ того, что очень слабый растворъ хамелеона легко разлагается.

Умноживъ число прилитыхъ куб. сант. на титръ хамелеона, получимъ количество закиси желѣза.

При техническомъ анализѣ часто не соблюдаютъ въ полномъ объемѣ всѣхъ указанныхъ предосторожностей, стараясь производить титрованіе возможно быстро. Въ технической лабораторіи Михаэлиса все количество желѣза опредѣляется титрованіемъ хамелеономъ; для этой цѣли употребляется свѣжеосажденная окись желѣза, полученная при опредѣленіи щелочей (см. ниже). Смываютъ осадокъ въ чашку, растворяютъ въ слабой сѣрной кислотѣ, кладутъ туда же кусокъ амальгмированного цинка и 2 платиновыхъ пластинки, закрываютъ часовымъ стекломъ и оставляютъ на ок. 5 часовъ. Затѣмъ, сдѣлавъ пробу на окись желѣза, вынимаютъ пластинки и промываютъ ихъ надъ чашкой. Титрованіе хамелеономъ производится въ той же чашкѣ, употребляя небольшую бюретку, открытую съ обоихъ концовъ; бюретка держится лѣвой рукой, заткнувъ верхнее отверстіе большимъ пальцемъ, при помощи котораго производится регулированіе

*) Если нельзя избѣжать присутствія соляной кислоты, то для нейтрализованія выдѣляющагося хлора слѣдуетъ прибавлять сѣрнокислой закиси марганца (Кесслеръ).

вытекания; правой же рукой постоянно перемѣшиваютъ растворъ. Такимъ способомъ титрованіе производится очень быстро.

Примѣчаніе. При содержаніи въ силикатѣ ванадія титрованіе хамелеономъ не даетъ точнаго результата, такъ какъ отъ дѣйствія цинка получается низшая степень окисленія ванадія, который во время титрованія окисляется хамелеономъ въ ванадіевую кислоту (см. спеціальн. ч. курса—анализъ глинъ, шлаковъ и др.). Въ этомъ случаѣ нужно опредѣлять желѣзо вѣсовымъ путемъ.

6) *Отдѣленіе и опредѣленіе марганца.* Почти средній фильтратъ, полученный по осажденіи глинозема и окиси желѣза (2), нагреваютъ до кипѣнія и прибавляютъ бромной воды; получается буровато-черный осадокъ гидрата перекиси марганца. Если жидкость безцвѣтная, то прибавляютъ еще бромной воды до желтоватаго окрашиванія и удаляютъ избытокъ брома нагреваніемъ. Если отъ присутствія марганцовой кислоты жидкость красноватая, то обезцвѣчиваютъ ее спиртомъ. Фильтруютъ и промываютъ осадокъ. Растворъ идетъ для отдѣленія кальція.

Осадокъ перекиси марганца сильно удерживаетъ уксусно-натріевую соль, поэтому долженъ быть тщательно промытъ; обыкновенно его растворяютъ въ соляной кислотѣ и повторяютъ осажденіе бромомъ (или пресыщаютъ аміакомъ, прибавляютъ перекиси водорода и кипятятъ до прекращенія выдѣленія газовъ). Фильтруютъ и промываютъ осадокъ перекиси марганца; фильтратъ прибавляется къ раствору, идущему на отдѣленіе кальція.

Другой способъ отдѣленія марганца. Нагреваютъ растворъ до кипѣнія, осаждаютъ посредствомъ сѣрнистаго аммонія и аміака сѣрнистый марганецъ, кипятятъ нѣсколько минутъ, даютъ осѣсть осадку, декантируютъ жидкость черезъ фильтръ, смываютъ осадокъ на фильтръ и промываютъ водой съ прибавкой нѣсколькихъ капель сѣрнистаго аммонія (при мутномъ фильтратѣ пропускаютъ его снова черезъ тотъ же фильтръ)*); высушиваютъ фильтръ съ осадкомъ, сжигаютъ, прибавляютъ

*) Лучше происходитъ фильтрованіе, если осадить марганецъ въ видѣ безводнаго сѣрнистаго соединенія. Для этой цѣли передъ осажденіемъ кипятятъ растворъ продолжительное время съ прибавкой щавелевокаліевой соли (Классень).

(въ платиновомъ тиглѣ) сѣрной кислоты, осторожно выпариваютъ избытокъ кислоты, прокаливаютъ умѣренно до краснаго каленія и взвѣшиваютъ въ видѣ сѣрнокислаго марганца.

Опредѣленіе марганца. Осадокъ перекиси марганца высушивается на фильтрѣ, вносится въ тигель; фильтръ сжигается на платиновой проволоцѣ. Прокаливаютъ при доступѣ воздуха, какъ окись желѣза (взвѣшиваютъ въ видѣ Mn_2O_4 и перечисляютъ на MnO).

г) Определѣніе щелочныхъ земель. 1) *Отдѣленіе извести* основывается на осажденіи щавелевоизвестковой соли въ присутствіи хлористаго амонія, такъ какъ въ этихъ условіяхъ магнезія остается въ растворѣ. Фильтраты по отдѣленіи окиси желѣза и глинозема, а также марганца, сгущаются до объема около $\frac{1}{4}$ литра (см. I, А, е).

Такъ какъ въ этомъ растворѣ находится уже хлористый амоній, то достаточно сдѣлать его щелочнымъ посредствомъ аміака (причемъ не должно быть осадка), нагрѣваютъ почти до кипѣнія, приливаютъ щавелевоаміачной соли въ избыткѣ (для превращенія всей магнезіи въ щавелевую соль) и оставляютъ закрытый стаканъ около 12 часовъ. Затѣмъ промываютъ осадокъ сначала декантацией и потомъ на фильтрѣ—горячей водой.

Если часть осадка плотно пристала къ стѣнкамъ стакана и не удастся смыть его при треніи палочкой съ каучукомъ, то растворяютъ его въ нѣсколькихъ капляхъ соляной кислоты, снова осаждаютъ и смываютъ на фильтрѣ. Если окись желѣза и глиноземъ осаждались уксусно-натровой солью, то осадокъ щавелевой извести обыкновенно бываетъ не чистъ; его растворяютъ въ соляной кислотѣ и снова осаждаютъ аміакомъ (съ прибавкой небольшого количества щавелевоаміачной соли).

Свойства осадка. Осажденный изъ горячаго или концентрированнаго раствора щавелевый кальцій представляетъ бѣлый порошокъ, состоящій изъ микроскопическихъ кристалловъ ($CaC_2O_4 + aq$), почти нерастворимый въ водѣ. Присутствіе свободной щавелевой и уксусной кислотъ немного увеличиваетъ растворимость; сильныя кислоты легко растворяютъ (уксусная—не растворяетъ). Растворы солей магнезіи въ значительной степени увеличиваютъ растворимость осадка;

изъ этихъ растворовъ осаждается избытокъ щавелевыхъ щелочей.

2) *Опредѣленіе извести.* Осадокъ щавелевой извести по высушиваніи собирается въ тигель; фильтръ сжигается на платиновой проволоцѣ (или на крышкѣ) и пепелъ присоединяется къ осадку (I, A, ж). Сначала нагрѣваютъ тигель постепенно на горѣлкѣ (при неполнѣмъ сгорѣвшемъ фильтрѣ—полуоткрытый тигель), потомъ на паяльномъ столѣ—до бѣлаго каленія—минутъ 15; накаливаніе повторяется до постояннаго вѣса (взвѣшиваніе въ видѣ CaO).

Свойства щавелевой извести. При 200° теряется вода, при темно-красномъ каленіи происходитъ распаденіе на окись углерода и углекислую известь; сначала снѣжно-бѣлый порошокъ принимаетъ при этомъ преходящее сѣрое окрашиваніе, которое при продолжительномъ накаливаніи исчезаетъ. Полученная на паяльномъ столѣ окись кальція представляетъ бѣлый неплавкій порошокъ, только медленно притягивающій воду и углекислоту (не затрудняетъ взвѣшиванія).

Примѣчаніе. Взвѣшиваніе извести можно производить также въ видѣ углекислой соли; для этой цѣли послѣ не сильнаго прокаливанія осадка прибавляютъ къ нему углекислой соли (для перевода могущей образоваться ѣдкой извести въ углекислую) и снова нагрѣваютъ, не доводя до краснаго каленія; операцію повторяютъ до постояннаго вѣса. Хотя при этомъ способѣ получается большая навѣска (меньшее вліяніе ошибки при взвѣшиваніи), но для непревычныхъ онъ менѣе удобенъ, чѣмъ описанный выше.

Проѣрка чистоты извести. Прокаленная известь должна безъ остатка растворяться въ уксусной кислотѣ, и растворъ не долженъ давать осадка отъ аміака (осадокъ показываетъ присутствіе кремнекислоты или глинозема).

3) *Отдѣленіе магnezіи.* Магnezія осаждается въ видѣ фосфорной аміакъ-магnezіи. Къ фильтрату по отдѣленіи извести приливаютъ аміака въ избытокъ (до $\frac{1}{4}$ объема раствора); затѣмъ къ свѣтлой еще жидкости приливаютъ фосфорно-натріевой соли, помѣшивая стеклянной палочкой, но не дотрагиваясь до стѣнокъ стакана (иначе тамъ плотно осядетъ осадокъ), и оставляютъ хорошо прикрытый (стекломъ) стаканъ на 12 часовъ безъ нагрѣванія.

Если въ растворѣ находится много аміачныхъ солей, то для большей точности осажденія магnezіи онѣ удаляются; для этой цѣли фильтратъ по отдѣленіи извести выпаривается досуха (правила см. I, А, е), остатокъ частями прокаливается въ платиновой чашкѣ до улетучиванія аміачныхъ солей, обрабатывается водой и соляной кислотой при нагреваніи; по охлажденіи пресыщается аміакомъ; если при этомъ появится клочковатый осадокъ кремнезема (или глинозема), то отфильтровывается (кремнекислота могла попасть въ растворъ изъ сосудовъ, въ которыхъ производилось нагреваніе щелочныхъ жидкостей, или съ аміакомъ).

Съ другой стороны, при ускоренномъ техническомъ анализѣ фильтрованіе начинаютъ уже черезъ 2—3 часа послѣ осажденія, лишь бы осадокъ успѣлъ отдѣлиться отъ раствора (Меркеръ).

Затѣмъ фильтруютъ фосфорную аміакъ-магnezію, смывая послѣдніе остатки ея въ стаканѣ взбалтываніемъ съ профильтрованной жидкостью, промываютъ осадокъ смѣсью изъ 1 ч. аміака и 3 ч. воды до конца (проба съ $\text{HNO}_3 + \text{AgNO}_3$). Во время фильтрованія стаканы и воронку закрываютъ стеклянными пластинками.

Свойства осадка. Осадокъ фосфорной аміакъ-магnezіи ($\text{Mg NH}_4\text{PO}_4$) представляетъ кристаллическій порошокъ, мало растворимый въ холодной водѣ (1:15000), еще менѣе въ аміачной (1:250000 при содержаніи $\frac{1}{3}$ аміака); растворимость увеличивается въ присутствіи хлористаго амонія и значительно уменьшается въ присутствіи сѣрно-кислой магnezіи и сѣрно-кислыхъ щелочей, и также фосфорнокислаго натра. Въ кислотахъ, даже уксусной, осадокъ легко растворяется.

4) *Опрежденіе магnezіи.* По высушиваніи осадка фосфорной аміакъ-магnezіи собираютъ его въ тигель; фильтръ сжигаютъ на платиновой крышкѣ (или проволока) и тоже бросаютъ въ тигель; сначала нагреваютъ тигель очень медленно и лишь подъ конецъ накаливаютъ *). Если осадокъ очень темный, то по охлажденіи смачиваютъ его нѣсколькими каплями азотной кислоты, выпариваютъ (при очень слабомъ

*) При быстромъ накаливаніи (особенно въ присутствіи негорѣвшаго угля) происходитъ порча тигля.

нагрѣваніи, закрытый) и снова прокаливаютъ, взвѣшиваютъ въ видѣ пирофосфорнаго магнія ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$) *), и переводятъ въсѣ на окись магнія (2MgO).

Такъ какъ при неполномъ сжиганіи фильтра въ присутствіи угля въ платиновомъ тиглѣ можетъ образоваться фосфорная платина (порча тигля), то при техническомъ анализѣ рекомендуется сжигать осадокъ въ *фарфоровомъ тиглѣ*, поступая такимъ образомъ: не вполне еще высушенный осадокъ собираютъ въ фарфоровый тигель, фильтръ подсушиваютъ, сжигаютъ на платиновой проволоцѣ **) и бросаютъ золу въ тигель; прокаливаютъ сначала слабо, закрытый тигель, потомъ открываютъ и постепенно усиливаютъ накаливаніе, не давая охладиться (иначе можетъ лопнуть), переносятъ тигель на паяльный столъ и прокаливаютъ минуты двѣ; охлажденіе въ эксикаторѣ и взвѣшиваніе.

Свойства фосфорной аміакъ-магнезій. При накаливаніи ея выдѣляется вода и аміакъ съ образованіемъ пирофосфорной соли. При дальнѣйшемъ нагреваніи происходитъ самонакаливаніе массы (отъ перехода кристаллической массы въ аморфную). Пирофосфорная магнезій представляетъ бѣлую (часто сѣроватую) массу, при накаливаніи не измѣняется, но въ очень сильномъ жару плавится. При выпариваніи пирофосфорной магнезій съ азотной кислотой получается бѣлый остатокъ, но при болѣе сильномъ накаливаніи онъ дѣлается темнѣе и выдѣляетъ азотноватые пары, и наконецъ остается бѣлая пирофосфорная магнезій. (При неосторожномъ накаливаніи вслѣдствіе выдѣленія газовъ можетъ произойти потеря). Пирофосфорная магнезій гигроскопична.

д) Опредѣленіе щелочей. Въ разлагаемыхъ кислотами силикатахъ, если при отдѣленіи основаній удалось избѣжать введенія постоянныхъ щелочей (въ особенности при отсутствіи марганца и магнезій), то щелочи можно опредѣлить

*) Полученная масса часто не вполне растворяется въ соляной кислотѣ и содержитъ метафосфорную кислоту или соль, образовавшіяся вслѣдствіе разлагающаго дѣйствія азотной кислоты на пирофосфорный магній. Проще всего можно избѣжать возстановительнаго дѣйствія угля и необходимости употребленія азотной кислоты, обходясь безъ бумажныхъ фильтровъ и производя процѣживаніе въ тиглѣ гуча (съ рѣшетчатымъ дномъ, надъ слоемъ асбеста).

**) Нужно при этомъ имѣть въ виду, что сжиганіе фильтра, пропитаннаго фосфорной магнезій, идетъ очень медленно.

въ растворѣ, полученномъ по отдѣленіи основаній. Въ этомъ случаѣ, удаливъ аміачныя соли и прокаливъ остатокъ, взвѣшиваютъ сумму хлористыхъ щелочей (въ отсутствіи другихъ постоянныхъ кислотъ); затѣмъ кали опредѣляется въ видѣ хлоро-платината, а натръ по разности (см. далѣе).

Въ другихъ же случаяхъ, а также въ неразлагаемыхъ кислотами силикатахъ, щелочи опредѣляются изъ отдѣльной порціи, въ которой кремній удаляется при помощи плавиковой кислоты. Такъ какъ послѣдній случай наиболѣе часто встрѣчается при анализѣ силикатовъ, то мы его и рассмотримъ подробно.

1) *Удаленіе кремневой кислоты посредствомъ плавиковой.* Навѣска (1—2 грам.) тонко измельченнаго силиката помѣщается въ платиновой чашечкѣ (или большомъ тиглѣ) тонкимъ слоемъ и смачивается водой; прибавляется плавиковая кислота въ избыткѣ (смотря по степени ея концентраціи), все перемѣшивается платиновымъ шпателемъ (или толстой проволокой) и оставляется стоять (закрытымъ) *) 12 часовъ. Затѣмъ прибавляется сѣрная кислота (разбавленная однимъ объемомъ воды), выпаривается на водяной банѣ до прекращенія выдѣленія паровъ и подъ конецъ *осторожно* на голомъ огнѣ (см. правила I, А, е) до прекращенія выдѣленія паровъ сѣрной кислоты (но не доводя чашку до каленія).

При дѣйствіи плавиковой кислоты получаютъ, какъ уже было сказано, фтористые и кремнефтористые металлы съ выдѣленіемъ фтористаго кремнія; при нагрѣваніи этихъ солей съ сѣрной кислотой получаютъ сѣрнокислыя соли съ окончательнымъ выдѣленіемъ фтористаго водорода и фтористаго кремнія. Для разложенія нѣкоторыхъ кристаллическихъ минераловъ (напр. турмалина) нужно брать концентрированную плавиковую кислоту и обработку повторять, если нужно. На кварцъ плавиковая кислота также дѣйствуетъ очень медленно.

Обработку плавиковой кислотой обязательно производить въ шкапу съ хорошей тягой и остерегаться дотрогиваться до кислоты руками.

*) Въ свинцовомъ сосудѣ (подъ тягой).

По охлажденіи обливаютъ содержимое соляной кислотой, обмывая ей также стѣнки чашки и крышку, нагрѣваютъ на водяной банѣ, разбавляютъ водой и снова нагрѣваютъ. Если получится осадокъ, то его отфильтровываютъ (промываютъ), прокаливаютъ, взвѣшиваютъ и изслѣдуютъ.

Осадокъ можетъ состоять изъ сѣрнокислой извести (при этомъ часть ея находится также въ растворѣ), иногда изъ сѣрнокислаго барита (стронція), или небольшихъ количествъ титановой кислоты (также—графита, пирита и пр.).

2) *Отдѣленіе основаній, не принадлежащихъ къ щелочамъ.* Оно можетъ производиться въ томъ же порядкѣ, какъ описано выше; причемъ полученные осадки, будучи взвѣшены, послужатъ для провѣрки полученныхъ выше результатовъ. Иногда пользуются этими осадками для специальныхъ опредѣленій (напр. титрованія желѣза). Если же ничего этого не требуется, то можно примѣнить упрощенные способы отдѣленія основаній *).

При объемистыхъ осадкахъ, не имѣя возможности хорошо отмыть ихъ отъ щелочей, лучше осажденіе повторять два раза, растворивъ осадокъ въ соляной кислотѣ. Магnezію же можно отдѣлить такимъ образомъ: фильтратъ по отдѣленіи извести выпариваютъ въ платиновой чашкѣ на водяной банѣ досуха (сначала для ускоренія можно на голомъ огнѣ), затѣмъ прокаливаютъ для удаленія аміачныхъ солей (не доводя до краснаго каленія,—правила см. I, А, е). По охлажденіи обливаютъ остатокъ небольшимъ количествомъ горячей воды, прибавляютъ, не фильтруя, 20—30 куб. сант. средней углеаміачной соли **). При этомъ магnezія осаждается въ видѣ углекислой аміакъ-магnezіи. Послѣ 24 часовъ стоянія

*) Напр. прибавляютъ къ раствору хлористаго барія (при нагрѣваніи), пока образуется осадокъ, и затѣмъ, не процеживая,—углеаміачной соли и аміаку. Давъ отстояться, отцѣживаютъ и промываютъ осадокъ, выпариваютъ растворъ, прокаливаютъ остатокъ для удаленія аміачныхъ солей, обрабатываютъ водой, кипятятъ съ небольшимъ количествомъ известковаго молока для удаленія магnezіи, сажаютъ въ фильтратъ известь и небольшой остатокъ барита посредствомъ аміака и углеаміачной соли и т. д.

**) Смѣсь Шафгота:—230 гр. продажной полуторно-углеаміачной соли съ 360 куб. сант. аміака уд. в. 0,96 растворяютъ въ литрѣ воды.

фильтруютъ (въ платиновую чашку; воронку и стаканы нужно закрывать стекломъ), промываютъ возможно малымъ количествомъ той же смѣси, сушатъ, прокаливаютъ осадокъ и взвѣшиваютъ (въ видѣ MgO).

3) *Опредѣленіе суммы сѣрноокислыхъ щелочей.* Фильтратъ по отдѣленіи магnezіи выпаривается на водяной банѣ; остатокъ смывается малымъ количествомъ воды въ платиновый тигель, прибавляется 2—3 капли сѣрной кислоты (чтобы быть увѣреннымъ въ полученіи сѣрноокислыхъ щелочей), выпаривается досуха и прокаливается. Такъ какъ образовавшіяся кислыя соли сѣрной кислоты съ трудомъ переходятъ въ среднія, то кладутъ въ тигель углекислаго амоніа и снова прокаливаютъ. Эту операцію повторяютъ до полученія постоянного вѣса (*сумма сѣрноокислыхъ щелочей*). Остатокъ растворяютъ въ маломъ количествѣ горячей воды; если получается остатокъ, то его отфильтровываютъ, прокаливаютъ, взвѣшиваютъ, и вѣсъ вычитаютъ изъ суммы сѣрноокислыхъ щелочей.

Свойства сѣрноокислыхъ щелочей. Сѣрноокислый калий получается въ видѣ бѣлой массы; при накаливаніи трещитъ отъ выдѣленія механической воды, при сильномъ накаливаніи плавится, не разлагаясь, но при бѣломъ каленіи немного теряетъ сѣрной кислоты (дѣлается щелочнымъ). Получающійся при удаленіи избытка кислоты кислый сѣрноокислый калий плавится при слабомъ накаливаніи, съ трудомъ превращается въ среднюю соль, но при накаливаніи въ атмосферѣ углекислаго амоніа—легко (превращеніе окончено, когда легкоплавкая соль при слабомъ красномъ каленіи дѣлается твердой).

Подобныя же отношенія наблюдаются и для сѣрноокислаго натра.

4) *Отдѣленіе калия отъ натрія.* Растворъ сѣрноокислыхъ солей смываютъ въ фарфоровую чашечку, сгущаютъ *), охлаждаютъ, прибавляютъ соляной кислоты, хлорной платины до желтаго окрашиванія жидкости и смѣси изъ спирта и эфира.

*) При сильномъ сгущеніи можетъ выдѣлиться сѣрноокислый натрій (растворяютъ въ водѣ).

На 1 гр. сѣрнокислаго калия требуется приблизительно 2 гр. хлорной платины, 30 куб. сант. соляной кислоты (уд. в. 1,05), 150 куб. сант. спирту и 25 куб. сант. эфиру.

Растворъ оставляютъ на 24 часа (закрывъ стекломъ и затѣмъ колоколомъ для воспрепятствованія поглощенію аміака изъ атмосферы). Затѣмъ фильтруютъ черезъ маленькій фильтръ и промываютъ осадокъ хлороплатината калия смѣсью спирта съ эфиромъ (во время стеканія жидкости воронку нужно закрывать стекломъ).

Свойства осадка. Хлороплатинатъ калия представляетъ или маленькіе красновато-желтые октаэдры, или лимонно-желтый порошокъ, трудно растворимъ въ холодной водѣ, легче въ горячей, въ абсолютномъ алкоголѣ едва растворимъ; присутствіе свободной соляной кислоты значительно увеличиваетъ растворимость.

Примѣчаніе. Отдѣленіе основано на нерастворимости хлороплатината калия въ смѣси спирта съ эфиромъ и растворимости хлороплатината натрія. Такъ какъ хлористый, а въ особенности сѣрнистый натрій плохо растворимы въ этой смѣси, то количество хлорной платины и соляной кислоты въ растворѣ должно быть достаточно. Но не нужно терять изъ виду также цѣнность хлорной платины; поэтому всѣ растворы и осадки, содержащіе платину, сливаются по окончаніи анализа въ особую бутылъ, для превращенія ихъ потомъ снова въ хлорную платину.

5) *Опредѣленіе калия.* Фильтръ съ осадкомъ хлороплатината калия по высушиваніи кладется въ фарфоровый тигель, покрывается и медленно нагрѣвается до удаленія летучихъ продуктовъ (остается обугленная масса), охлаждается. Замѣнивъ крышку тигеля продыравленной крышкой (тигель Розе), пропускаютъ въ тигель слабый токъ сухого водорода. Минуты черезъ 2, когда можно предполагать, что весь воздухъ вытѣсненъ изъ тигеля, слабо нагрѣваютъ тигель (пламя не должно касаться) минутъ 10 (продолжая пропускать водородъ); по удаленіи горѣлки пропусканіе водорода продолжаютъ до охлажденія тигля. При дѣйствіи водорода хлороплатинатъ калия превратился въ смѣсь хлористаго калия и металлической платины. Для удаленія хлористаго калия уголь

фильтра кладется на маленькую фильтру и промывается водой; остатокъ высушивается и сжигается съ фильтромъ въ фарфоровомъ тиглѣ при доступѣ воздуха (зола отъ 2 фильтръ). Взвѣшивается металлическая платина и по ней опредѣляется количество кали (195 ч. $Pt=94$ ч. K_2O). При маломъ содержаніи калия хлороплатинатъ калия опредѣляется на взвѣшенномъ фильтрѣ.

Свойства хлороплатината калия. При 100° не измѣняется; при сильномъ накаливаніи превращается въ металлическую платину и хлористый калий; однако и при долгомъ плавленіи остается немного неизмѣненнаго хлороплатината; при нагрѣваніи же въ токѣ водорода (или съ прибавленіемъ щавелевой кислоты) разложеніе происходитъ легко и вполнѣ.

Натръ обыкновенно опредѣляется по разности. Для прямого опредѣленія натра фильтратъ отъ хлороплатината калия для удаленія платины выпаривается и прокаливается (съ прибавкой щавелевой кислоты); изъ остатка сѣрно-кислый натръ извлекается водой, высушивается, прокаливается (съ прибавкой углекислаго амонія) и взвѣшивается.

Г. Частныя опредѣленія.

Къ настоящей главѣ относится, во-первыхъ, опредѣленіе кислотъ, во-вторыхъ,—болѣе рѣдкихъ основаній, такъ какъ тѣ и другія часто опредѣляются или изъ отдѣльной порціи вещества, или вообще — при значительномъ измѣненіи общаго хода анализа.

а) Сѣра можетъ встрѣчаться въ силикатахъ въ видѣ сѣрнокислыхъ соединений и въ видѣ сѣрнистыхъ металловъ.

Вліяніе сѣрной кислоты на ходъ общаго анализа. Если вмѣстѣ съ сѣрной кислотой находится въ силикатѣ также известъ (баритъ), то въ осадкѣ кремнезема получится также сѣрнокислый кальцій (барій), и при опредѣленіи чистоты кремнезема при помощи плавиковой кислоты получится остатокъ этой соли (см. В, б, 5).

Въ присутствіи сѣрной кислоты сумма щелочей опредѣляется въ видѣ сѣрнокислыхъ солей, и дальнѣйшій анализъ щелочей ведется, какъ описано выше.

Опредѣленіе сѣрной кислоты. Сѣрнокислыя соли встрѣчаются въ нѣкоторыхъ разлагаемыхъ силикатахъ *). Послѣ разложенія силиката соляной кислотой и отдѣленія кремнекислоты (В, б, 1) въ полученномъ фильтратѣ сѣрная кислота осаждается при помощи хлористаго барія. Для этой цѣли разбавленный слабокислый (отъ соляной кислоты; азотной не должно быть) растворъ нагреваютъ до кипѣнія и прибавляютъ небольшой избытокъ хлористаго барія (достаточно ли прилито—узнается по отстаиваніи осадка, приливая хлористый барій по каплямъ), даютъ отстояться осадку въ тепломъ мѣстѣ, сливаютъ свѣтлую жидкость на фильтръ, обливаютъ осадокъ горячей водой; декантацию повторяютъ 2—3 раза, и наконецъ промываютъ осадокъ горячей водой. Высушиваніе, сжиганіе фильтра, умѣренное прокаливаніе осадка и взвѣшиваніе (въ видѣ BaSO_4 , переводя затѣмъ на SO_3).

Свойства осадка. Осажденный сѣрнокислый баритъ представляетъ тонкій бѣлый порошокъ,—въ свѣже осажденномъ состояніи, въ особенности при осажденіи на холоду и въ отсутствіи соляной кислоты или нашатыря, плохо фильтруется **) (мутный фильтратъ),—въ водѣ почти не растворимъ (1:400000): осадокъ легко увлекаетъ азотнокислыя соли, хлорноватыя щелочи и даже окись желѣза (при большомъ ея содержаніи);—кислоты даже разбавленныя нѣсколько растворяютъ осадокъ;—въ присутствіи фосфорной кислоты осажденіе не полно, и осадокъ содержитъ фосфорную кислоту. При слабомъ накаливаніи сѣрнокислый баритъ не измѣняется, но въ сильномъ бѣлокалильномъ жару теряетъ сѣрную кислоту;—при накаливаніи съ углемъ или въ присутствіи возстановляющихъ газовъ переходитъ отчасти въ сѣрнистый барій.

Повѣрка чистоты осадка можетъ быть произведена та-

*) Изъ неразлагаемыхъ силикатовъ сѣрнокислый кальцій (гипсъ) иногда сопровождаетъ глины (см. спец. ч.—анализъ глинъ).

**) Полученію свѣтлаго фильтра помогаетъ: полное отстаиваніе осадка, декантациа, непереполненіе фильтра жидкостью и, если нужно, повторенное процѣживаніе мутнаго фильтра черезъ тотъ же фильтръ. (Нѣкоторые совѣтуютъ для той же цѣли пропитывать фильтръ уксусно-аміачной солью или прибавлять къ жидкости соляной кислоты).

кимъ образомъ: нагрѣваютъ взвѣшенный осадокъ съ соляной кислотой, промываютъ, прокалываютъ и снова взвѣшиваютъ.

Примѣчаніе. Нѣкоторые силикаты содержатъ примѣсь растворимыхъ сѣрнокислыхъ солей (напр. гипса). Въ этомъ случаѣ предварительно нужно извлечь эти соли водой.

Опредѣленіе сѣры. Количество сѣры въ видѣ сѣрнистыхъ металловъ опредѣляется окисленіемъ сѣры въ сѣрную кислоту и осажденіемъ послѣдней хлористымъ баріемъ, какъ указано выше. Если одновременно находятся въ силикатѣ сѣрнокислыя соли, то въ отдѣльной порціи опредѣляютъ описаннымъ способомъ количество сѣрной кислоты. Разница обоихъ опредѣленій, переведенная на сѣру, дастъ намъ количество ея въ видѣ сѣрнистыхъ металловъ.

Содержащіеся въ силикатѣ сѣрнистые металлы могутъ быть разлагаемы соляной кислотой (напр. въ шлакахъ, цементахъ,—см. спеціальн. ч.) или неразлагаемы (напр. пиритъ въ глинахъ,—см. спец. ч.); какъ въ томъ, такъ и въ другомъ случаѣ окисленіе сѣры можетъ быть произведено сухимъ или мокрымъ путемъ. Имѣя въ виду скорость работы, а также избѣжаніе порчи платинового тигля, въ техническомъ анализѣ предпочитаютъ послѣдній путь.

Для опредѣленія сѣры въ соединеніяхъ ея, нераздѣляемыхъ соляной кислотой, поступаютъ слѣдующимъ образомъ (по Лунге). Около 3 грам. вещества обрабатывается (въ фарф. чашкѣ) смѣсью изъ 3 объемовъ азотной кислоты (уд. в. 1,4) и 1 об. дымящейся соляной кислоты (испыт. на отсут. сѣрнис. соед.—см. реактивы) при слабомъ подогреваніи, избѣгая разбрызгиванія, подъ часовымъ стекломъ. (Если выдѣлится небольшое количество сѣры, то ее окисляютъ прибавкой щепотки бертолетовой соли). Выпариваютъ на водяной банѣ до суха, прибавляютъ соляной кислоты и снова выпариваютъ, повторяя эту операцію до тѣхъ поръ, пока не перестанутъ выдѣляться азотистыя пары. Смачиваютъ остатокъ крѣпкой соляной кислотой, разбавляютъ горячей водой, фильтруютъ и промываютъ горячей водой. (На фильтрѣ — силикатъ, не разлагаемый азотной кислотой, кварцъ и пр.). Изъ фильтрата, содержащаго сѣрнокислыя и хлористыя соли, сѣрная ки-

слота осаждается хлористымъ баріемъ по вышеописанному способу.

Для окисленія сѣры въ соединеніяхъ ея, разлагаемыхъ соляной кислотой, можно рекомендовать слѣдующій способъ. Около 5 гр. измельченнаго силиката смѣшиваютъ (въ колбѣ) съ бертолетовой солью, свободной отъ сѣрнокислыхъ солей) и прибавляютъ маленькими порціями умѣренно концентрированной соляной кислоты. Послѣ долгаго дѣйствія на холоду (колба закрывается запаянной воронкой съ холодной водой) умѣренно нагреваютъ, пока жидкость не перестанетъ пахнуть хлоромъ. (Если не вся сѣра окислилась, то повторяютъ операцію съ прибавкой бертолетовой соли, крѣпкой соляной кислоты и нагреванія). По окисленіи всей сѣры разбавляютъ водой, декантируютъ и фильтруютъ. Выпаривъ избытокъ соляной кислоты, осаждаютъ сѣрную кислоту хлористымъ баріемъ, какъ указано выше.

При окисленіи сѣры бертолетовую соль можно замѣнить бромомъ; причемъ (въ техническомъ анализѣ) поступаютъ такъ. Около 3 гр. вещества въ фарфоровой чашкѣ обливаютъ бромной водой, закрываютъ чашку стекломъ, прибавляютъ по каплямъ соляную кислоту (выдѣляющійся сѣроводородъ окисляется бромомъ); черезъ нѣсколько часовъ нагреваютъ до кипѣнія для изгнанія избытка брома, фильтруютъ и осаждаютъ сѣрную кислоту хлористымъ баріемъ. (Результаты не вполне точны, но въ большинствѣ случаевъ технического анализа—достаточны).

б) Хлоръ встрѣчается обыкновенно въ разлагаемыхъ силикатахъ, или какъ примѣсь хлористыхъ металловъ къ неразлагаемымъ силикатамъ.

Опредѣленіе хлора можетъ быть сдѣлано, разлагая силикатъ при помощи азотной кислоты, отфильтровывая кремнекислоту и осаждая въ фильтратѣ хлоръ при помощи азотно-серебряной соли. Но такъ какъ въ этомъ случаѣ нагреваніе должно быть очень слабо и нельзя выпаривать раствора досуха (для избѣжанія потери хлора), то разложеніе силиката не будетъ полное, и часть кремнекислоты останется въ растворѣ и осадится вмѣстѣ съ хлористымъ серебромъ. Поэтому

лучше сплавить силикатъ съ содой, какъ указано въ п. I, В, б, 2, нагрѣть сплавъ съ водой, профильтровать и, прибавивъ къ фильтрату азотной кислоты, осадить въ немъ хлоръ при помощи азотнокислаго серебра. Для этой цѣли къ раствору прибавляютъ небольшой избытокъ (проба по отстаиваніи) азотнокислаго серебра при помѣшиваніи, слабо нагрѣваютъ, даютъ отстояться (въ отсутствіи прямого солнечнаго свѣта), декантируютъ, промываютъ сперва водой, подкисленной азотной кислотой, потомъ чистой горячей водой, высушиваютъ вполнѣ съ фильтромъ, выкладываютъ осадокъ на часовое стекло, сжигаютъ фильтръ во взвѣшенномъ фарфоровомъ тиглѣ, обрабатываютъ остатокъ нѣсколькими каплями азотной кислоты при нагрѣваніи, прибавляютъ нѣсколько капель соляной кислоты, выпариваютъ досуха, всыпаютъ въ тигель (съ часового стекла) осадокъ хлористаго серебра, нагрѣваютъ осторожно, пока на краяхъ не начнетъ плавленіе, охлаждаютъ и взвѣшиваютъ. (При маломъ количествѣ AgCl лучше взвѣсить его въ фильтрѣ, высушивъ при 100°).

Свойства осадка. Свѣжеосажденное хлористое серебро представляетъ бѣлый творожистый осадокъ; при взбалтываніи большіе клочья увлекаютъ маленькія частицы и жидкость дѣлается свѣтлой; однако это совершается вполнѣ только при избыткѣ соли серебра и въ свѣжеосажденномъ состояніи. Хлористое серебро въ водѣ и разбавленной азотной кислотѣ почти нерастворимо; крѣпкая азотная кислота растворяетъ слѣды; растворы азотныхъ щелочей и щелочныхъ земель также немного растворяютъ, особенно при нагрѣваніи; концентрированный растворъ азотнокислаго серебра при нагрѣваніи также немного растворяетъ. При дѣйствіи свѣта хлористое серебро дѣлается скоро фіолетовымъ, наконецъ чернымъ, причемъ теряетъ часть хлора (при обработкѣ потемнѣвшаго хлористаго серебра аміакомъ остается небольшое количество металлическаго серебра); при продолжительномъ (24 ч.) соприкосновеніи съ горячей водой, даже въ отсутствіи свѣта, также дѣлается сѣрымъ. При высушиваніи осадокъ дѣлается порошкообразнымъ, при нагрѣваніи окрашивается въ желтый цвѣтъ, при 260° плавится, при очень сильномъ жарѣ улетучивается безъ разложенія. При накаливаніи съ углемъ хлористое серебро не возстановляется, но

въ токъ водорода, углеводородовъ и окиси углерода легко возстановляется.

Проѣрка чистоты осадка. При описанномъ способѣ отдѣленія хлора къ хлористому серебру бываетъ примѣшана кремнекислота, а въ присутствіи сѣры въ силикатѣ—также сѣрнистое серебро. Эти примѣси остаются послѣ растворенія хлористаго серебра въ аміакѣ (при нагрѣваніи).

Примѣчаніе. Для очистки тигля отъ хлористаго серебра кладутъ въ него кусочекъ желѣза или цинка и обливаютъ слабой сѣрной кислотой.

в) Фторъ встрѣчается въ нѣкоторыхъ (неразлагаемыхъ) силикатахъ въ большомъ количествѣ (топазъ, слюда, роговая обманка), въ другихъ—въ незначительномъ.

Вліяніе фтора на ходъ общаго анализа. При опредѣленіи потери отъ прокаливанія вмѣстѣ съ водой удаляется отчасти фтористый кремній (хотя при болѣе высокой температурѣ, чѣмъ вода). Потери фтора и кремнія не происходятъ при умѣренномъ прокаливаніи силиката съ окисью свинца (фторъ связывается свинцомъ, но при высокой температурѣ фтористый свинецъ отчасти летучъ—см. В, а).

При неосторожномъ сплавленіи силиката съ содой также можетъ произойти потеря во фторѣ и кремніи (см. далѣе).

Опредѣленіе фтора. Сплавляютъ силикатъ съ содой, какъ указано раньше (I, В, б, 2), причемъ, при большомъ содержаніи фтора въ силикатѣ, нужно предварительно прибавить къ нему взвѣшенное количество чистой кремнекислоты, и количество соды (прокаленной) должно быть не менѣе 6 частей на 1 часть вещества. Обрабатываютъ сплавъ водой при нагрѣваніи (въ платиновой чашкѣ) и фильтруютъ (при помощи платиновой или гутаперчевой воронки). Весь фторъ находится въ фильтратѣ въ видѣ фтористаго натрія (и избытокъ углекислаго натра).

Такъ какъ въ фильтратѣ находится обыкновенно также небольшое количество кремнекислоты и глинозема, затрудняющее отдѣленіе фтора, то для удаленія ихъ нейтрализуютъ жидкость соляной кислотой (до разложенія соды); прибавляютъ нашатыря и выпариваютъ; осѣвшіе при этомъ клочья кремнекислоты и глинозема отфильтровываютъ, а для уда-

ленія изъ раствора избытка нашатыря нагрѣваютъ его, съ избыткомъ соды, до прекращенія выдѣленія аміака.

Къ кипящему раствору прибавляютъ хлористаго кальція (до прекращенія выдѣленія осадка), даютъ отстояться, фильтруютъ и промываютъ горячей водой. Осадокъ, состоящій изъ фтористаго кальція и углекислаго кальція, высушиваютъ, слегка прокаливаютъ (въ тиглѣ), обливаютъ (въ чашкѣ) водой и затѣмъ уксусной кислотой для растворенія углекислаго кальція, выпариваютъ досуха и до удаленія избытка уксусной кислоты, обрабатываютъ при нагрѣваніи водой, отфильтровываютъ фтористый кальцій, промываютъ, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ (въ видѣ CaF_2 , переводятъ на F_2).

Свойства осадка. Фтористый кальцій получается въ видѣ желеобразнаго плохо промываемаго осадка (если не прокалить его предварительно); въ водѣ и уксусной кислотѣ очень мало растворимъ, въ слабой соляной—немного растворимъ, въ крѣпкой—больше; сѣрная кислота разлагаетъ его съ выдѣленіемъ фтороводорода. При накаливаніи фтористый кальцій не измѣняется, въ сильномъ жару плавится; при очень сильномъ накаливаніи во влажной атмосферѣ отчасти выдѣляется фтороводородъ.

Проѣрка чистоты осадка, если нужно, производится, слабо нагрѣвая его въ тиглѣ съ концентрированной сѣрной кислотой, подъ конецъ изгоняя избытокъ кислоты болѣе сильнымъ накаливаніемъ и взвѣшивая полученный сѣрнокислый кальцій.

Примѣчаніе. При маломъ содержаніи фтора въ силикатѣ количество его можетъ быть опредѣлено сильнымъ прокаливаніемъ силиката (1 ч. удаляющагося SiF_4 соотвѣтствуетъ 0,7365 ч. фтора).

Оставшіеся на фильтрахъ осадки обрабатываютъ соляной кислотой и выпариваютъ досуха для отдѣленія кремнекислоты и дальнѣйшаго отдѣленія основаній (если нужно).

г) Углеродъ встрѣчается въ силикатахъ или въ видѣ угля, битума и пр. (см.: I, В, а, а также 2-ю ч.—анализъ глинъ и мергелей), или въ видѣ углекислыхъ солей. Способы опредѣленія углекислоты—см. 2-ю ч. (анализъ мергелей).

д) Боръ встрѣчается въ нѣкоторыхъ какъ разлагаемыхъ,

такъ и неразлагаемыхъ силикатахъ, также въ нѣкоторыхъ искусственныхъ стеклахъ и эмаляхъ. Иногда опредѣляютъ его по остатку (послѣ опредѣленія остальныхъ составныхъ частей силиката); здѣсь описывается способъ прямого опредѣленія бора.

Опредѣленіе борной кислоты. Сплавляютъ силикатъ съ поташомъ по извѣстнымъ правиламъ (I, B, б, 2), обрабатываютъ сплавъ при нагрѣваніи водой, фильтруютъ и промываютъ остатокъ горячей водой. Въ фильтратѣ борнокалиевая соль (съ углекалиевой); удаляютъ изъ раствора небольшія количества кремнекислоты и глинозема по правиламъ, указаннымъ въ примѣчаніи при опредѣленіи фтора, но съ замѣной соды поташомъ. Прибавляютъ къ раствору (въ платиновой чашкѣ) плавиковой кислоты, выпариваютъ на водяной банѣ досуха, по охлажденіи приливаютъ слабой (1:5) уксусной кислоты до тѣхъ поръ, пока фильтратъ не перестанетъ мутиться отъ хлористаго кальція, затѣмъ промываютъ крѣпкимъ спиртомъ, высушиваютъ при 120° и взвѣшиваютъ (за вычетомъ фильтра— KBF_4 съ 27,78% B_2O_3).

Свойства осадка. Сначала по прибавленіи плавиковой кислоты получается желеобразный осадокъ, растворяющійся при нагрѣваніи жидкости и при выпариваніи снова осаждающійся въ видѣ мелкихъ прозрачныхъ кристалловъ (KBF_4). Осадокъ растворимъ въ водѣ и слабомъ спиртѣ, но не растворимъ въ крѣпкомъ спиртѣ и концентрированномъ растворѣ уксусно-калиевой соли,—при 100° не измѣняется.

Для провѣрки чистоты осадка опредѣляютъ содержаніе въ немъ фтора указаннымъ выше способомъ.

Полученные на фильтрахъ осадки могутъ служить для опредѣленія кремнекислоты и основаній.

е) Фосфоръ находится въ нѣкоторыхъ силикатахъ въ видѣ фосфорнокислыхъ соединений, но обыкновенно въ незначительномъ количествѣ (въ большемъ количествѣ въ искусственныхъ шлакахъ, стеклахъ и эмаляхъ).

Вліяніе фосфора на ходъ общаго анализа. Обыкновенно фосфорная кислота осаждается (въ видѣ соли) вмѣстѣ съ глиноземомъ и окисью желѣза; по раствореніи осадка въ

азотной кислотѣ опредѣляютъ фосфорную кислоту указаннымъ далѣе способомъ.

Определение фосфорной кислоты. Отдѣливъ кремневую кислоту однимъ изъ описанныхъ выше способовъ (I, B, б, 1 и 2), но съ употребленіемъ азотной кислоты *) вмѣсто соляной, отдѣляютъ въ фильтратѣ фосфорную кислоту осажденіемъ въ видѣ фосфорно-молибденоваго амонія. Для этой цѣли полученный азотнокислый растворъ сгущаютъ, нейтрализуютъ аміакомъ, прибавляютъ (при помѣшиваніи) растворъ молибденовоаміачной соли въ азотной кислотѣ **) (полагая на 1 ч. фосфорной кислоты—до 40 ч. молибденовой) и азотнокислаго аміака и оставляютъ на 12—24 час. осаждаются въ тепломъ мѣстѣ***). Затѣмъ (сдѣлавъ провѣрку на полноту осажденія) сливаютъ жидкость на малый фильтръ и промываютъ осадокъ холодной водой (или 20% растворомъ азотноаміачной соли) въ возможно маломъ количествѣ (проба желтой солью). Смываютъ осадокъ во взвѣшенный фарфоровый тигель и выпариваютъ досуха (части осадка, оставшіяся на стаканѣ и на фильтрѣ, растворяютъ въ аміакѣ, осаждаютъ азотной кислотой и споласкиваютъ въ тигель). Осторожнымъ прокаливаніемъ удаляютъ аміачныя соли (при покрытіи часовымъ стекломъ не должно получаться налета), охлаждаютъ въ эксикаторѣ и взвѣшиваютъ (остается фосфорно-молибденовая кислота, содержащая 3,951% фосфорнаго ангидрида).

Свойства осадка. Фосфорномолибденовый амоній $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4\text{10MoO}_3$ представляетъ ярко-желтый легко осаждающийся осадокъ; очень мало растворимъ въ холодной водѣ (1:10000), растворимъ въ горячей; соляная, сѣрная и азот-

*) При этомъ способѣ отдѣленія полученная кремнекислота содержитъ немного фосфорной кислоты (отдѣляютъ растворяя въ аміакѣ).

**) Для приготовления этого раствора смѣшиваютъ 80 гр. молибденово-аміачной соли $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, 640 куб. сант. воды и 160 куб. сант. аміака (уд. в. 0,92), и полученный растворъ смѣшиваютъ (избѣгая нагрѣванія) съ растворомъ 960 куб. сант. азотной кислоты (уд. в. 1,2) въ 240 куб. с. воды. Молибденовый растворъ нужно сохранять въ неплотно закрытой стеклянкѣ (если при стояніи образуется осадокъ—процѣживаютъ).

***) При ускоренномъ техническомъ анализѣ осаждаютъ иногда фосфорномолибденовый амоній при кипяченіи раствора и послѣ непродолжительнаго отстаиванія фильтруютъ (Вагнеръ).

ная кислоты растворяют осадокъ, но въ присутствіи молибденоваго амонія азотная и сѣрная не растворяютъ (соляная растворяетъ); винная и подобныя ей органическія кислоты совершенно препятствуютъ осажденію фосфорномолибденоваго амонія.

Примѣчаніе. Описанный способъ опредѣленія фосфорной кислоты не годится при большомъ содержаніи фосфора. Въ послѣднемъ случаѣ осадокъ фосфорномолибденоваго амонія растворяютъ въ аміакѣ и осаждаютъ въ видѣ фосфорной аміакъ магнезій (посредствомъ магнезіальной смѣси *); условія опредѣленія—см.: I, B, г).

ж) Титанъ встрѣчается въ значительныхъ количествахъ только въ титанитѣ и нѣкоторыхъ рѣдкихъ минералахъ, въ многихъ же минералахъ (и въ нѣкоторыхъ глинахъ)—въ малыхъ количествахъ.

Вліяніе титана на ходъ общаго анализа. По отдѣленіи кремнезема большая часть титановой кислоты остается вмѣстѣ съ нимъ; въ этомъ случаѣ при провѣркѣ чистоты кремнезема обработкой плавиковой кислотой остается остатокъ, съ которымъ поступаютъ, какъ указано далѣе. Небольшая часть титановой кислоты переходитъ въ растворъ и осаждается вмѣстѣ съ глиноземомъ и окисью желѣза; растворивъ взвѣшенный осадокъ въ сѣрной кислотѣ (или послѣ сплавленія съ кислой сѣрнокаліевою солью), поступаютъ, какъ указано далѣе.

Опредѣленіе титановой кислоты. Обработываютъ силикатъ плавиковой кислотой, какъ указано при опредѣленіи щелочей (I, B, д); остатокъ послѣ выпариванія на водяной банѣ или сплавляютъ съ кислой сѣрнокаліевою солью, или поступаютъ такъ. Смѣшиваютъ остатокъ съ 6 кратнымъ (относительно взятаго силиката) количествомъ сѣрнокаліевої соли и такимъ количествомъ сѣрной кислоты, чтобы образовалось густое тѣсто, нагрѣваютъ постепенно (въ закрытой платиновой чашкѣ или большомъ тиглѣ) до полного раство-

*) Магнезіальная смѣсь готовится раствореніемъ 110 грам. кристаллическаго хлористаго магнія и 125 гр. хлористаго амонія въ $\frac{1}{2}$ литрѣ воды и прибавляя къ раствору $\frac{1}{2}$ литра аміака (уд. в. 0,93).

ренія массы. По охлажденіи кладутъ тигель въ большую чашку съ холодной водой и даютъ раствориться массѣ (если останется сѣрно-кислая известь, то ее отфильтровываютъ). Затѣмъ прибавивъ сѣрнистой кислоты для перевода окиси желѣза въ закись, кипятятъ растворъ $\frac{1}{2}$ —1 час., возобновляя испаряющуюся воду. Осѣвшую титановую кислоту отфильтровываютъ, промываютъ, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ (въ видѣ TiO_2).

Свойства титановой кислоты. Кислота эта даетъ соединенія какъ съ основаніями, такъ и съ кислотами. Гидратъ титановой кислоты растворимъ въ кислотахъ, безводная же не растворима (кроме фтористоводородной); при сплавленіи же съ кислой сѣрно-калиевой солью образуется соль титановой кислоты. Въ растворѣ эти соединенія постоянны только на холоду; при кипяченіи же происходитъ полное выдѣленіе титановой кислоты (метатитановой); это видоизмѣненіе титановой кислоты не растворимо въ кислотахъ. Всѣ видоизмѣненія титановой кислоты растворимы въ плавиковой кислотѣ.

Примѣчаніе. Если осадокъ титаной кислоты окрашенъ въ желтый цвѣтъ (отъ примѣси желѣза), то его растворяютъ при нагреваніи въ сѣрной кислотѣ, разбавляютъ по охлажденіи водой, восстанавливаютъ окись желѣза посредствомъ сѣрнистой кислоты и снова осаждаютъ титановую кислоту продолжительнымъ кипяченіемъ раствора.

Если желаютъ убѣдиться, что дѣйствительно имѣютъ дѣло съ титановой кислотой, то сплавляютъ часть осадка съ бурой въ ушкѣ платиновой проволоки; причемъ въ окислительномъ пламени получается безцвѣтное стекло, а въ восстановительномъ—при нагреваніи бурое, а по охлажденіи—синее.

Фильтратъ по отдѣленіи титановой кислоты можетъ служить для опредѣленія основаній.

3) Хромъ встрѣчается въ силикатахъ въ видѣ окиси хрома, обыкновенно въ незначительныхъ количествахъ (также въ зеленыхъ стеклахъ).

Определеніе окиси хрома. Для отдѣленія отъ глинозема и окиси желѣза удобно сначала перевести хромъ въ хромовую кислоту. Для этой цѣли при сплавленіи силикатовъ съ содой (I, В, б, 2) прибавляютъ небольшое количество селитры. Обработавъ сплавъ при нагреваніи водой и отфильтровавъ осадокъ, получаютъ хромъ въ растворѣ въ видѣ хро-

мовой соли желтаго цвѣта. (Небольшія количества кремнезема и глинозема удаляются изъ раствора, какъ указано въ примѣчаніи при опредѣленіи фтора). Подкисливъ жидкость уксусной кислотой до разложенія соды, нагрѣваютъ до кипѣнія, прибавляютъ уксусно-баріевой соли и немного алкоголя и даютъ отстояться осадку хромовобаритовой соли. Затѣмъ фильтруютъ, промываютъ осадокъ алкогольной водой, высушиваютъ, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ (въ видѣ Ba CrO_4 переводятъ на Cr_2O_3).

Свойства осадка. Хромовобаріевая соль получается въ видѣ свѣтлаго желтаго осадка, растворимаго въ соляной и азотной кислотахъ, но не въ уксусной; въ чистой водѣ осадокъ немного растворимъ, въ растворахъ же солей (уксусно-аміачной соли) и алкогольной водѣ не растворимъ. При умѣренномъ накаливаніи хромовобаріевая соль не разлагается.

п) Берилій встрѣчается въ немногихъ минералахъ въ видѣ окиси берилія.

Опредѣленіе окиси берилія. Послѣ сплавленія силиката съ содой и отдѣленія кремнезема окись берилія осаждается вмѣстѣ съ глиноземомъ. Для отдѣленія ихъ растворяютъ осадокъ въ соляной кислотѣ, прибавляютъ хлористаго амонія и избытокъ аміаку, и кипятятъ жидкость до прекращенія аміачнаго запаха. Въ этихъ условіяхъ глиноземъ осаждается, окись же берилія остается въ растворѣ; отфильтровавъ жидкость, осаждаютъ въ ней окись берилія аміакомъ, промываютъ, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ (въ видѣ BeO).

Свойства окиси берилія. Осажденный аміакомъ гидратъ окиси берилія въ видѣ бѣлаго клочковатаго осадка растворяется въ ѣдкомъ кали (подобно глинозему), но изъ раствора осаждается уже при кипяченіи. При продолжительномъ кипяченіи съ хлористымъ амоніемъ гидратъ окиси берилія растворяется, образуя хлористый берилій (съ выдѣленіемъ аміака). Бозводная окись берилія не растворима въ ѣдкомъ кали и трудно растворима въ кислотахъ, но хорошо растворяется послѣ сплавленія съ кислой сѣрнокалиевой солью.

і) Литій встрѣчается въ нѣкоторыхъ минералахъ вмѣстѣ съ остальными щелочными металлами.

Опредѣленіе окиси литія. Въ этомъ случаѣ щелочи должны быть въ видѣ хлористыхъ солей *). Взвѣсивъ сумму хлористыхъ щелочей и отдѣливъ калий въ видѣ хлороплатината,

*) Сѣрная кислота можетъ быть осаждена уксусно-свинцовой солью, а избытокъ свинца сѣроводородомъ; избытокъ же сѣроводорода удаляется при выпариваніи раствора съ соляной кислотой.

разлагають хлорную платину выпариваніемъ раствора досуха и слабымъ прокаливаніемъ (съ прибавкой щавелевой кислоты); отфильтровавъ хлористые натрій и литій, выпариваютъ ихъ до суха, слабо прокаливаютъ (въ платиновомъ тиглѣ) и взвѣшиваютъ. Затѣмъ обливаютъ остатокъ смѣсью изъ равныхъ частей безводнаго спирта и эфира (поставивъ тигель въ стаканъ и закрывъ послѣдній стекломъ) и оставляютъ стоять, помѣшивая отъ времени до времени. Въ этомъ случаѣ хлористый литій перейдетъ въ растворъ, а хлористый натрій останется въ остаткѣ. Хлористый натрій переносится на взвѣшенный фильтръ, промывается смѣсью спирта съ эфиромъ и взвѣшивается вмѣстѣ съ фильтромъ. (Или же можно растворить хлористый натрій въ водѣ, выпарить, слабо прокалить и взвѣсить).

Если желаютъ удостовѣриться въ присутствіи литія, то выпариваютъ эфирно-спиртовой растворъ и испытываютъ остатокъ на окрашивание пламени.

Мѣдь, Свинецъ, Олово, Цинкъ, Никель, Кобальтъ, Цирконій, Ванадій, Ніобій. Съ этими тѣлами только въ рѣдкихъ случаяхъ приходится имѣть дѣло; опредѣленіе нѣкоторыхъ изъ нихъ будетъ помѣщено въ спеціальной части курса.

ПРИМѢЧАНІЕ КЪ I ОТДѢЛУ.

Отношеніе строительныхъ матеріаловъ къ внѣшнимъ химическимъ дѣятелямъ.

Предметомъ I отдѣла курса, какъ мы видѣли, служить опредѣленіе химическаго состава строительныхъ матеріаловъ, и хотя при химическомъ анализѣ приходится встрѣчаться также съ дѣйствіемъ различныхъ химическихъ агентовъ на строительные матеріалы; но прямого отвѣта для рѣшенія практическихъ вопросовъ въ этомъ направленіи химическій анализъ не даетъ. Наиболѣе общій случай, когда приходится имѣть дѣло съ отношеніемъ строительныхъ матеріаловъ къ внѣшнимъ химическимъ дѣятелямъ, представляется при испытаніи этихъ матеріаловъ на сопротивленіе ихъ такъ называемому „химическому“

вывѣтриванію *), т. е. химическому дѣйствию атмосферныхъ дѣятелей (воды, углекислоты, кислорода, сѣрнистаго газа и пр.) „Прямое“ испытаніе состоитъ въ предоставленіи строительнаго матеріала непосредственному дѣйствию этихъ агентовъ; но это испытаніе требуетъ очень много времени, а потому оно производится лишь при возведеніи важныхъ сооружений, въ связи съ ускоренными „непрямыми“ испытаніями. Изъ этихъ непрямыхъ испытаній наиболѣе общее значеніе имѣютъ: 1) испытаніе матеріаловъ на сопротивленіе болѣе энергичнымъ агентамъ (напр. кислотамъ), производящимъ то же дѣйствіе, что и атмосферные дѣятели, но въ болѣе короткій срокъ, и 2) опредѣленіе въ строительномъ матеріалѣ т. наз. „вредныхъ примѣсей“, которыя главнымъ образомъ и подвергаются разрушающему дѣйствию атмосферы. Испытаніе строительныхъ матеріаловъ на сопротивленіе дѣйствию различныхъ химическихъ реагентовъ (особенно кислотъ) производится также при нѣкоторыхъ спеціальныхъ примѣненіяхъ матеріаловъ (напримѣръ на химическихъ заводахъ, при устройствѣ сточныхъ каналовъ и проч.). Такъ какъ выборъ непрямого испытанія зависитъ отъ рода (состава) и назначенія строительнаго матеріала, то всѣ эти ускоренныя испытанія будутъ указаны въ своемъ мѣстѣ при изслѣдованіи различныхъ родовъ строительныхъ матеріаловъ (см. спец. ч. курса).

*) Объ испытаніи строительныхъ матеріаловъ на сопротивленіе „механическому“ вывѣтриванію см. дальше во II отд.: „отношеніе матеріаловъ къ измѣненіямъ температуры“ (испытаніе „на морозъ“).

ОТДѢЛЪ II.

Опредѣленіе физическихъ

(И МЕХАНИЧЕСКИХЪ)

свойствъ строительныхъ матеріаловъ.

Содержаніе II отдѣла:

А) Собственно физическія свойства строительныхъ матеріаловъ (цвѣтъ, строеніе, удѣльный вѣсъ, степень пористости).

Б) Отношеніе матеріаловъ къ внѣшнимъ механическимъ усиліямъ.

В) Отношеніе ихъ къ измѣненіямъ температуры.

А. Физическія свойства строительныхъ матеріаловъ.

(Наружный видъ, строеніе, удѣльный вѣсъ, степень пористости и проницаемости).

При изслѣдованіи всѣхъ вообще строительныхъ матеріаловъ прежде всего приходится обращать вниманіе на ихъ *наружные признаки*, часто дающіе полезное указаніе въ кратчайшій срокъ; но такъ какъ эти признаки зависятъ отъ частныхъ свойствъ отдѣльныхъ строительныхъ матеріаловъ, то они могутъ быть изложены лишь во второй (спеціальной) части курса.

Степень плотности и пористости матеріаловъ, вліяющая на ихъ прочность и водопроницаемость, относится къ весьма важнымъ ихъ строительнымъ свойствамъ.

„Плотность“ какого-либо тѣла выражается отвлеченнымъ числомъ, показывающимъ отношеніе массы (вѣса) этого тѣла къ массѣ (вѣсу) равнаго объема воды (при 4° C); „удѣльнымъ вѣсомъ“ называется вѣсъ въ граммахъ 1 куб. сан. вещества (за исключеніемъ поровыхъ пространствъ) тѣла. Впрочемъ, на практикѣ для краткости удѣльный вѣсъ также выражаютъ отвлеченнымъ числомъ, что будемъ дѣлать и мы. „Объемнымъ вѣсомъ“ называется вѣсъ въ граммахъ 1 куб. сан. тѣла, не выключая поръ (или—отвлеченное число, показывающее отношеніе между вѣсомъ тѣла и вѣсомъ воды въ томъ же объемѣ, опредѣляемомъ наружными очертаніями тѣла). „Пористость“ какого-либо тѣла выражается отвлеченнымъ числомъ, показывающимъ отношеніе объема поръ къ объему всего тѣла (опредѣляемому наружными очертаніями тѣла). Впрочемъ, на практикѣ пористость матеріала обыкновенно выражаютъ въ процентахъ и отличаютъ „вѣсовую“ пористость (процентное отношеніе вѣса воды въ объемѣ поръ къ вѣсу самого тѣла) и „объемную“ (процентное отношеніе объема поръ къ объему всего тѣла, опредѣляемому его наружными очертаніями). Съ пористостью тѣсно связаны „водопроницаемость“ и „воздухопроводность“ матеріаловъ, имѣющія большое значеніе въ строительномъ дѣлѣ.

а) Опредѣленіе удѣльнаго вѣса. Удѣльный вѣсъ строительнаго матеріала (какъ уже сказано) мы будемъ выражать отвлеченнымъ числомъ, показывающимъ отношеніе вѣса испытуемаго образца къ вѣсу воды (при 4° C) въ объемѣ образца, за исключеніемъ поровыхъ пространствъ. Удѣльный вѣсъ, давая понятіе о степени плотности строительнаго матеріала, имѣетъ большое значеніе при оцѣнкѣ его качествъ.

Выборъ метода для опредѣленія удѣльнаго вѣса зависитъ, во-первыхъ, отъ требуемой степени точности (опредѣленія), во-вторыхъ, отъ степени пористости матеріала. Опредѣленіе удѣльнаго вѣса пористыхъ (и порошкообразныхъ) матеріаловъ производится надъ порошкомъ матеріала; для опредѣленія же удѣльнаго вѣса плотнаго матеріала послѣдній можетъ примѣняться въ видѣ кусковъ (или въ видѣ такъ называемыхъ „образцовъ“). Такъ какъ въ послѣднемъ случаѣ

удѣльный вѣсъ совпадаетъ съ объемнымъ вѣсомъ, то для ихъ опредѣленія могутъ служить одинаковые методы (описанные ниже при опредѣленіи объемнаго вѣса матеріаловъ).

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса матеріала *въ порошкообразномъ видѣ* можетъ быть произведено: 1) при помощи тяжелой жидкости, 2) посредствомъ пикнометра и 3) посредствомъ объемомѣра. Опредѣленіе удѣльнаго вѣса при помощи тяжелой жидкости, основанное на подборѣ смѣси двухъ жидкостей съ удѣльнымъ вѣсомъ, равнымъ удѣльному вѣсу матеріала, при тщательномъ выполненіи даетъ вполне удовлетворительные результаты, но вслѣдствіе затруднительности обращенія съ такими жидкостями (и др. неудобствъ) примѣняется лишь въ частныхъ случаяхъ (для раздѣленія минераловъ различного удѣльнаго вѣса), а потому и будетъ изложено въ спеціальной части курса (см. спец. ч.—силикатовыя породы). Изъ другихъ же способовъ опредѣленія удѣльнаго вѣса способъ пикнометра даетъ болѣе точные результаты, а способъ объемомѣра—болѣе быстрые, а потому чаще примѣняется въ техническомъ анализѣ.

1) *Опредѣленіе удѣльнаго вѣса по методу пикнометра* (или флакона) состоитъ въ томъ, что сосудъ опредѣленной емкости (пикнометръ) взвѣшивается сначала наполненный водой, а затѣмъ съ погруженнымъ въ нее веществомъ; зная также вѣсъ вещества, найдемъ объемъ вытѣсняемой вещевомъ воды и имѣемъ всѣ данныя для вычисленія удѣльнаго вѣса вещества. Употребляемый при техническомъ анализѣ пикнометръ (фиг. 8) состоитъ изъ стеклянки около 20—30 куб. сант. вмѣстимости со стеклянной пробкой, имѣющей по оси волосной каналъ; при закрываніи наполненнаго пикнометра черезъ этотъ каналъ выступаетъ избытокъ воды, который снимается пропускной бумагой.

Хотя послѣ обтиранія пропускной бумагой въ наружныхъ порахъ стекла остается еще влажность, но изслѣдованія (Оствальда) показываютъ, что этимъ способомъ можно получить болѣе однообразные результаты, чѣмъ при полномъ высушиваніи поверхности пикнометра. Для болѣе точнаго опредѣленія емкости пикнометра наносятъ около середины пробки

круговую черту, до которой снимается жидкость въ волосномъ каналѣ.

Значительная погрѣшность можетъ произойти также отъ неполнаго вытѣсненія водою воздуха изъ изслѣдуемаго вещества; поэтому для полученія точнаго результата слѣдуетъ послѣ покрытія вещества водою выкачивать изъ пикнометра воздухъ до полнаго удаленія пузырьковъ его изъ вещества. Для техническихъ опредѣленій рекомендуется болѣе простой приемъ, состоящій въ томъ, что порошокъ изслѣдуемаго вещества всыпается (постепенно) не въ пустой пикнометръ, а—наливъ въ него (до половины) воды; причемъ потребуется лишь одно лишнее взвѣшиваніе.

Какъ уже было сказано, предварительное измельченіе требуется только для пористыхъ матеріаловъ; непористый же (плотный) матеріалъ достаточно раздробить на столько, чтобы отдѣльные куски могли свободно проходить черезъ шейку пикнометра.

Всѣ манипуляціи съ пикнометромъ должны, конечно, производиться при одной и той же температурѣ, и полученный объемъ воды, вытѣсняемый веществомъ, долженъ быть приведенъ къ нормальной температурѣ (4° C).

Для наблюденій за температурой во время опыта очень удобенъ пикнометръ съ термометромъ.

Для приведенія объема воды, вытѣсняемаго веществомъ, къ нормальной температурѣ, слѣдуетъ полученный при опытѣ вѣсъ воды помножить на число, соотвѣтствующее объему ея при температурѣ опыта, пользуясь таблицей, приведенной въ I отдѣлѣ (см. I, А, б,—измѣреніе жидкостей).

Порядокъ опыта: 1) Наполняютъ пикнометръ водою, даютъ время (ок. 5 мин.) установиться температурѣ воды (t°); удаляютъ избытокъ воды и вытираютъ пропускной бумагой пикнометръ снаружи, стараясь не касаться до него руками (для избѣжанія нагрѣванія прибора). 2) Взвѣшиваютъ (на химическихъ вѣсахъ) пикнометръ съ водою (a гр.), беря его во время переноски за шейку при помощи полотенца. 3) Отливъ приблизительно половину воды и вытеревъ тщательно шейку пикнометра (изъ внутри и снаружи), снова взвѣшиваютъ его (b гр.). 4) При помощи бумажной воронки всыпаютъ постепенно порошокъ изслѣдуемаго матеріала (по

могая удаленію воздуха изъ жидкости легкими постукиваніями прибора о столъ) и опять взвѣшиваютъ приборъ (c гр.). 5) Наполняютъ пикнометръ водой, даютъ ему принять температуру t^0 , удаляютъ избытокъ воды и въ послѣдній разъ взвѣшиваютъ (f гр.). Изъ этихъ опытовъ получимъ: вѣсъ взятаго вещества $= c - b = p$ гр.; вѣсъ вытѣсняемой имъ воды $= a - (f - p) = a - f + c - b = g$ (t^0) гр., а послѣ поправки на температуру (см. выше) $= g$ (4^0) гр.; слѣдовательно, удѣльный вѣсъ $= \frac{p}{g(4^0)} = d$.

Если вода дѣйствуетъ на изслѣдуемое вещество (или плохо его смачиваетъ), то примѣняютъ другую жидкость (напр. спиртъ, скипидаръ, бензинъ, толуолъ). Въ этомъ случаѣ, манипуляціи при опредѣленіи удѣльнаго вѣса идутъ въ описанномъ порядкѣ, съ замѣной воды другой жидкостью (температура t^0); но полученный удѣльный вѣсъ долженъ быть помноженъ на число, выражающее удѣльный вѣсъ взятой для опыта жидкости (температура t^0) относительно воды (при температурѣ 4^0). Для полученія же этого послѣдняго числа требуется произвести два лишніе взвѣшиванія—пустого пикнометра и наполненнаго водой.

Обозначая вѣсъ пустого пикнометра черезъ k гр., наполненнаго водой по прежнему черезъ a гр. и наполненнаго другой жидкостью—черезъ m гр., найдемъ удѣльный вѣсъ этой жидкости относительно воды при t^0 равнымъ $\frac{m(t^0) - k}{a(t^0) - k} = l(t^0)$, а послѣ поправки на температуру воды $= \frac{m(t^0) - k}{a(4^0) - k} = l(4^0)$.

Можно, конечно, разъ навсегда опредѣлить удѣльный вѣсъ выбранной для опытовъ жидкости, но такъ какъ температура при отдѣльныхъ опытахъ можетъ быть различной, то придется дѣлать поправки на эти температуры, что значительно усложняетъ вычисленія *).

При соблюденіи указанныхъ выше предосторожностей точность опредѣленія удѣльнаго вѣса при помощи пикнометра простирается до третьяго десятичнаго знака.

*) Всѣ данныя для этихъ рѣдко практикуемыхъ въ техническомъ анализѣ вычисленій (въ которыхъ приняты во вниманіе не только расширеніе воды, но также и расширеніе стекла пикнометра) можно найти въ руководствахъ по физическимъ измѣреніямъ, напр. въ извѣстномъ руководствѣ Ф. Кольрауша.

2) *Определение удельного вѣса посредствомъ объемомѣра.*
 При употребленіи объемомѣра количество вытѣсняемой изслѣдуемымъ веществомъ жидкости опредѣляется не по вѣсу (какъ въ методѣ пикнометра), а по объему; измѣреніе же объема жидкости (при помощи градуированной трубки) производится, конечно, скорѣе, чѣмъ взвѣшиваніе. Кромѣ того, при употребленіи объемомѣра не приходится принимать во вниманіе удѣльный вѣсъ употребляемой при опытѣ жидкости (и приводить объемъ воды къ нормальной температурѣ *), а нужно лишь соблюдать правило, чтобы температура во время опыта оставалась постоянной. По этимъ причинамъ въ техническомъ анализѣ объемомѣръ служитъ наиболѣе употребительнымъ приборомъ при опредѣленіи удѣльнаго (и объемнаго) вѣса строительныхъ матеріаловъ. Хотя методъ объемомѣра по точности уступаетъ методу пикнометра, но недостаточная точность самого метода отчасти вознаграждается употребленіемъ для опыта большого количества матеріала, а потому результаты получаются вполне достаточные для практики.

При соблюденіи указанныхъ далѣе предосторожностей точность опредѣленія удѣльнаго вѣса при помощи наиболѣе употребительныхъ объемомѣровъ (Шумана, Ле-Шателье и др.) простирается до второго десятичнаго знака.

Употребляемые при техническомъ анализѣ объемомѣры, по способу производства манипуляцій съ ними, можно подвести подъ три типа. Въ первыхъ двухъ типахъ при самомъ началѣ опыта вводится въ объемомѣръ все количество употребляемой жидкости (до нулевой черты) и затѣмъ уже всыпается изслѣдуемое вещество. Отличаются же между собою эти два типа объемомѣровъ тѣмъ, что въ первомъ типѣ вещество всыпается непосредственно въ жидкость; причемъ объемъ вытѣсняемой жидкости опредѣляется по повышенію ея уровня въ градуированной трубкѣ объемомѣра (объемомѣры: Шумана-Михаэлиса, Сухье, Лешателье-Кандло); во второмъ же типѣ объемомѣровъ передъ всыпаніемъ вещества

*) Имѣя, конечно, въ виду, что дѣленія градуированной трубки проверены (см. I, А, б—измѣреніе жидкостей).

часть жидкости переводится въ градуированную трубку, расположенную въ связи съ объемомъ; по высыпаніи же вещества въ объемомѣрь жидкость снова вводится въ него—до полевой черты, а остающійся избытокъ жидкости отсчитывается въ градуированной трубкѣ (объемомѣры: Мейера, Зегера). Объемомѣры перваго типа проще по устройству и производству манипуляцій, а потому чаще употребляются. Наконецъ, объемомѣры третьяго типа представляютъ собою колбу (при порошкообразномъ веществѣ) или широкогорлый сосудъ (при болѣе крупныхъ образцахъ изслѣдуемаго матеріала) съ постояннымъ уровнемъ (который опредѣляется круговой мѣткой при узкогорлой колбѣ или отвѣснымъ неподвижнымъ остриемъ—при широкогорломъ сосудѣ). Сосудъ этотъ наполняется жидкостью изъ отдѣльной градуированной трубки (бюретки) сначала въ пустомъ состояніи, а затѣмъ—послѣ введенія вещества, и записывается разность отсчетовъ бюретки; причемъ отдѣльные объемомѣры различаются между собою главнымъ образомъ по устройству бюретки (объемомѣры: Эрдменгера-Мана, Лахтина).

Объемомѣры второго и третьяго типовъ допускаютъ манипуляціи съ болѣе крупными образцами, а потому могутъ примѣняться также для опредѣленія объемнаго вѣса образцовъ строительныхъ матеріаловъ.

Изъ объемомѣровъ перваго типа опишемъ подробнѣе болѣе употребительные въ настоящее время объемомѣры Шумана и Лешателье, изъ объемомѣровъ третьяго типа—объемомѣръ Мана; изъ объемомѣровъ же второго типа будетъ описанъ далѣе примѣняемый для опредѣленія объемныхъ вѣсовъ объемомѣръ Зегера *).

Объемомѣръ Шумана (фиг. 9) состоитъ изъ стекляннаго сосуда около 120 куб. сант. вмѣстимости, въ верхнее отверстіе котораго вставляется пришлифованная къ нему своимъ нижнимъ концомъ открытая градуированная трубка, раздѣленная

*) Объемомѣръ Мейера описанъ въ Thonindustrie-Zeitung за 1894 г., а объемомѣръ Лахтина—въ отчетѣ о совѣщаніяхъ русскихъ цементныхъ техникувъ за 1892 г.

на десятых части куб. сант. Дѣленія начинаются нолемъ и продолжаются вверхъ до 40 куб. сант.

Для опредѣленія удѣльнаго вѣса объемомѣръ наполняютъ (при помощи воронки съ длинной трубкой) жидкостью, не дѣйствующею на изслѣдуемый матеріалъ, до нолевого дѣленія; даютъ постоять нѣсколько минутъ для принятія комнатной температуры. Въ это время отвѣшиваютъ (на глянцевиной бумагѣ, съ точностью до $\frac{1}{2}$ миллигр.) 100 грам. матеріала въ порошкообразномъ видѣ, провѣряютъ положеніе уровня жидкости; затѣмъ при помощи воронки (съ широкой короткой трубкой) всыпаютъ *постепенно* порошокъ черезъ верхнее отверстіе градуированной трубки объемомѣра, постукивая имъ слегка о столъ и наблюдая, чтобы частицы матеріала опускались въ жидкость, а увлекаемый ими воздухъ подымался въ видѣ пузырьковъ кверху. По всыпаніи порошка и удаленіи пузырьковъ воздуха закрываютъ объемомѣръ пробкой, даютъ ему постоять минутъ пять для принятія комнатной температуры и отсчитываютъ положеніе уровня жидкости (n куб. сан.), которое и будетъ выражать объемъ взятаго порошка. Удѣльный вѣсъ матеріала выражается частнымъ $\frac{100}{n} = d$.

Лучше избѣгать нѣсколько кропотливаго приведенія въ началѣ опыта уровня жидкости къ нолю и наливать жидкость нѣсколько выше ноля, а послѣ принятія жидкостью температуры комнаты сдѣлать отсчетъ (m куб. сан.), причемъ удѣльный вѣсъ выразится частнымъ $\frac{100}{n-m} = d$. Чтобы во время опыта легче было сохранять постоянную температуру объемомѣра, рекомендуется ставить его въ воду.

Существенный недостатокъ объемомѣра Шумана состоитъ въ томъ, что при всыпаніи порошка черезъ сравнительно узкую ($1\frac{1}{2}$ сант. шириной) и длинную трубку объемомѣра легко происходитъ закупориваніе трубки, и при сотрясеніяхъ прибора можетъ произойти просачиваніе жидкости у пришлифованнаго нижняго конца трубки, а тогда опытъ приходится повторять снова. Устраненіе этого недостатка имѣлось въ виду при проектированіи объемомѣра Лешателье—Кандло.

Объемомѣръ Лешателье (фиг. 10) отличается отъ объемомѣра Шумана тѣмъ, что стеклянный сосудъ (около 120 куб. сант. вмѣстимости) составляетъ одно цѣлое съ измѣрительной трубкой и въ средней части этой трубки сдѣлано расширение; ниже этого расширения на трубкѣ сдѣлана круговая черта, а выше—на трубкѣ отмѣчены дѣленія въ десятихъ частяхъ куб. сантиметра, начиная отъ поля до 3 куб. сант. Емкость шарового расширения, между нижележащей чертой и вышележащимъ полевымъ дѣленіемъ, равняется 20 куб. сант.

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса матеріала производится въ такомъ порядкѣ. Помѣщаютъ объемомѣръ въ воду комнатной температуры, наливаютъ жидкость до нижней черты прибора и ждутъ, пока она приметъ температуру воды (провѣрка уровня жидкости). Затѣмъ при помощи воронки, не доходящей до полевого дѣленія лишь на нѣсколько миллиметровъ, постепенно всыпаютъ въ приборъ изслѣдуемый матеріалъ въ порошкообразномъ видѣ. Навѣска матеріала должна быть такова, чтобы объемъ его былъ не менѣе объема шаровой части трубки (20 куб. сант.), слѣдовательно, въ зависимости отъ удѣльнаго вѣса матеріала (отъ 2,5 до 3,5) навѣска должна измѣняться отъ 50 до 70 граммовъ. При этомъ можно поступать двоякимъ способомъ: или высыпать въ приборъ всю навѣску и отсчитывать объемъ по верхнимъ дѣленіямъ трубки, или же высыпать лишь столько матеріала, чтобы жидкость поднялась до полевого дѣленія и, взвѣсивъ остатокъ матеріала, вычесть его изъ первоначальной навѣски; причемъ объемъ взятаго количества матеріала будетъ равняться объему шаровой части трубки (20 куб. сант.). Понятно, что окончательный отсчетъ производится лишь послѣ того, какъ жидкость и изслѣдуемый матеріалъ примутъ комнатную температуру (при обыкновенныхъ условіяхъ достаточно 5—10 минутъ).

Такимъ образомъ, преимущество описаннаго прибора передъ объемомѣромъ Шумана состоитъ въ примѣненіи расширенной части (въ измѣрительной трубкѣ), не позволяющей всыпаемому въ приборъ порошокъ матеріала закупоривать трубку; также соединеніе измѣрительной трубки со стеклян-

нымъ сосудомъ въ одно цѣлое позволяетъ глубже помѣстить приборъ въ воду и устраняетъ просачиваніе жидкости между сосудомъ и измѣрительной трубкой при неосторожномъ встряхиваніи прибора.

Съ перваго взгляда можетъ показаться излишней часть трубки между уширенной частью ея и сосудомъ; но нужно имѣть въ виду, что чѣмъ длиннѣе путь, проходимый порошкомъ при осѣданіи его въ жидкости, тѣмъ полнѣе будутъ отдѣляться отъ порошка увлекаемые имъ пузырьки воздуха.

Объемомѣръ Мана (фиг. 11) состоитъ изъ бюретки и пріемнаго сосуда. Бюретка (въ 50 куб. сант., съ дѣленіями въ $\frac{1}{10}$ куб. сант.) снабжена у выпускного конца краномъ, а сверху закрыта (отъ пыли) стекляннымъ колпачкомъ. Наполненіе бюретки производится черезъ боковую трубку (съ краномъ) изъ Вульфовой стеклянки, дѣйствуя на каучуковый шаръ. При устройствѣ бюретки имѣлось въ виду избѣжать по возможности соединеній посредствомъ каучука (имѣется лишь одно), имѣя въ виду употребленіе вмѣсто воды углеродородныхъ жидкостей, дѣйствующихъ на каучукъ. Бюретка окружена болѣе широкой трубкой (такъ называем. „холодильникомъ“), наполненной водой; снизу эта трубка имѣетъ спускной кранъ, а сверху два отверстія—одно для наполненія трубки, а другое для термометра. Пріемный сосудъ представляетъ толстостѣнную мѣрительную колбочку въ 50 куб. сант. вмѣстимости.

Если изслѣдуемый матеріалъ имѣетъ форму крупныхъ зеренъ (или кусочковъ), то взвѣшиваніе его производится въ пріемномъ сосудѣ. Если же имѣемъ дѣло съ мелкимъ порошкомъ, то матеріалъ взвѣшивается отдѣльно; въ колбочку наливаютъ (изъ бюретки) немного воды (или другой жидкости); осторожно всыпаютъ порошокъ въ колбочку, постукивая ею о столъ (для удаленія пузырьковъ воздуха), и затѣмъ дополняютъ ее до мѣтки. Такъ какъ объемы бюретки и колбочки равны (50 куб. сант.), то объемъ оставшейся въ бюреткѣ жидкости выразитъ объемъ взятаго для опыта вещества, а зная вѣсъ его, найдемъ удѣльный вѣсъ вещества. Для опыта берется отъ 25 до 50 гр. вещества. Во время производства

опыта пріемный сосудъ также помѣщается въ воду, имѣющую ту же температуру, какъ въ „холодильникъ“.

Объемомѣръ Мана сравнительно съ вышеописанными объемомѣрами менѣе портативенъ (вслѣдствіе сложности конструкціи), но въ простотѣ манипуляцій и точности показаній нисколько имъ не уступаетъ.

б) Определѣніе объемнаго вѣса. *Объемный вѣсъ* строительнаго матеріала (какъ было сказано) мы будемъ выражать отвлеченнымъ числомъ, показывающимъ отношеніе вѣса испытываемаго образца къ вѣсу воды (при 4° С.) въ объемѣ образца, опредѣляемомъ наружными его очертаніями; слѣдовательно, для непористыхъ тѣлъ удѣльный и объемный вѣса выражаются однимъ и тѣмъ же числомъ. Объемный вѣсъ въ связи съ удѣльнымъ вѣсомъ даетъ понятіе о степени пористости матеріала; самъ же по себѣ объемный вѣсъ даетъ понятіе объ относительномъ (сравнительно съ другими матеріалами) вѣсѣ изслѣдуемаго матеріала, что также имѣетъ большое значеніе въ строительномъ дѣлѣ.

Вполнѣ опредѣленное выраженіе для объемнаго вѣса получается лишь относительно цѣльныхъ матеріаловъ (кусковъ или образцовъ) съ ненарушенной связью частицъ. Впрочемъ, въ практическихъ видахъ понятіе объ объемномъ вѣсѣ распространяется и на рыхлые (сыпучіе) матеріалы; но такъ какъ въ этомъ случаѣ нужно условиться, въ какомъ видѣ (напр. въ болѣе или менѣе рыхломъ состояніи, или утрамбованный) подвергать матеріалъ изслѣдованію, а это въ свою очередь зависитъ отъ свойствъ матеріала и его назначенія, то по этимъ причинамъ способы опредѣленія объемнаго вѣса рыхлыхъ матеріаловъ будутъ изложены въ спеціальной части курса (песокъ, гравій и пр., см.: вяжущія вещества); здѣсь же излагаются общіе способы опредѣленія объемнаго вѣса цѣльныхъ матеріаловъ.

Определѣніе объемнаго вѣса строительныхъ матеріаловъ можетъ быть произведено: при помощи объемомѣра, посредствомъ гидростатическихъ вѣсовъ и непосредственными измѣреніями.

1) *Определѣніе объемнаго вѣса при помощи объемомѣра.* Для этой цѣли могутъ служить указанные выше объемомѣры

второго и третьяго типовъ (позволяющіе подвергать изслѣдованію болѣе или менѣе крупные куски), въ особенности приспособленный для этой цѣли объемомѣръ Зегера. Что же касается самаго метода опредѣленія объемнаго вѣса, то въ этомъ отношеніи нужно различать плотные (непористые) матеріалы отъ пористыхъ; опредѣленіе объемнаго вѣса первыхъ матеріаловъ производится совершенно такъ же, какъ и опредѣленіе ихъ удѣльнаго вѣса (вѣдъ и результаты выражаются однимъ и тѣмъ же числомъ); при опредѣленіи же объемнаго вѣса вторыхъ нужно предварительно закупорить поры матеріала для воспрепятствованія проникновенію въ нихъ жидкости. Это закупориваніе поръ можетъ быть произведено двоякимъ способомъ.

Если матеріаль *тонкопористый* и вода на него не дѣйствуетъ, то для закупориванія поръ матеріала насыщаютъ его водой (см. далѣе—опред. пористости); причемъ опредѣленіе объемнаго вѣса производится въ такомъ порядкѣ. Взвѣшиваютъ высушенный образецъ (a грам.), насыщаютъ его водой и опредѣляютъ объемъ (b к. с.) насыщеннаго образца при помощи объемомѣра (см. далѣе); объемный вѣсъ образца выражается частнымъ $\frac{a}{b} = c$.

Примѣчаніе. Температура, при которой производится высушиваніе образцовъ (при опредѣленіи ихъ объемнаго вѣса), зависитъ отъ рода матеріала. Въ большинствѣ случаевъ допускается 120° С., въ нѣкоторыхъ же случаяхъ нельзя превосходить $100\text{—}103^{\circ}$ С. (см. спец. ч. курса).

При употребленіи въ объемомѣрахъ воды послѣдняя предварительно должна быть прокипячена (для удаленія воздуха).

При *крупнопористомъ* матеріалѣ для закупориванія его поръ покрываютъ поверхность образца слоемъ другого вещества, на которое не дѣйствуетъ вода и которое въ свою очередь не дѣйствуетъ на испытываемый матеріаль (напр. слоемъ расплавленнаго парафина). Удѣльный вѣсъ (d) этого вещества долженъ быть извѣстенъ *). Опредѣленіе объемнаго

*) Напр. удѣльный вѣсъ парафина въ кускахъ равенъ 0,892, но послѣ расплавленія (и остыванія) понижается до 0,822.

вѣса производится въ такомъ порядкѣ: взвѣшиваютъ высушенный образецъ (a гр.), покрываютъ его непроницаемымъ слоемъ (кистью или обмакиваніемъ въ расплавленный парафинъ), взвѣшиваютъ покрытый образецъ (b гр.) и опредѣляютъ его объемъ вмѣстѣ съ покрывающимъ слоемъ (c куб. сан.). Такъ какъ вѣсъ покрывающаго слоя равняется: $b - a = e$, и его объемъ $\frac{e}{d} = f$, то объемный вѣсъ образца выразится частнымъ: $\frac{a}{c - f} = g$.

Обыкновенно объемный вѣсъ, опредѣленный по первому способу, оказывается нѣсколько высокимъ (вслѣдствіе вытекания воды изъ поръ при взвѣшиваніи образца), а опредѣленный по второму способу — слишкомъ низкимъ (вслѣдствіе увлеченія пузырьковъ воздуха покрывающимъ слоемъ). Вообще же, вслѣдствіе обстоятельствъ „парафиноваго“ метода, онъ примѣняется сравнительно рѣдко.

Объемомѣръ Зегера. Имѣющійся въ настоящее время въ продажѣ усовершенствованный объемомѣръ Зегера, представляя нѣкоторыя преимущества (въ смыслѣ удобства манипуляцій) передъ его первоначальной моделью, тѣмъ не менѣе, по опытамъ въ нашей лабораторіи, вслѣдствіе своей ломкости (зависящей отъ недостаточно прочнаго соединенія между собою стеклянныхъ трубокъ) оказывается малопригоднымъ для небольшихъ и особенно передвижныхъ лабораторій. Поэтому здѣсь приводится описаніе болѣе простой первоначальной модели объемомѣра Зегера *). Объемомѣръ этотъ изображенъ (схематически) въ фиг. 12. Стеклянный сосудъ, емкостью около 1 литра, имѣетъ вверху 2 горлышка, одно діаметромъ до 5—6 сант. и другое болѣе узкое, внизу же кранъ. Въ широкое отверстіе вставляется пришлифованная къ нему стеклянная пробка со стеклянною же воронкой, имѣющей повыше пробки полевую мѣтку. Въ узкое горлышко при помощи обыкновенной пробки вставляется пипетка-бю-

*) Описаніе и чертежъ усовершенствованнаго объемомѣра можно найти въ соч.: „Schoch. Die moderne Aufbereitung d. Mörtelmaterialien“.

ретка, емкостью въ 50 куб. сан. (съ дѣленіями въ $\frac{1}{10}$ куб. сант.); полевая черта этой пипетки также приходится выше пробки. Верхній конецъ пипетки загнуть и на него надѣта каучуковая трубка съ зажимнымъ краномъ.

Опытъ производится слѣдующимъ образомъ. Черезъ воронку, при открытомъ зажимномъ кранѣ, наливается въ приборъ вода (или другая жидкость) до полевыхъ мѣтокъ. При помощи каучуковой трубки всасывается въ пипетку 50 куб. сан. жидкости и кранъ зажимается; вынимается стеклянная пробка съ воронкой, опускается въ приборъ насыщенный образецъ и воронка ставится на свое мѣсто. Отворяя понемногу зажимной кранъ, выпускаютъ изъ пипетки часть жидкости, пока она не поднимется до полевого дѣленія воронки. Отсчетъ уровня жидкости, оставшейся въ пипеткѣ, покажетъ объемъ испытуемаго образца.

Опредѣленія съ этимъ приборомъ производятся очень быстро, тѣмъ болѣе, что при большомъ объемѣ стклянки нѣтъ надобности послѣ каждого опыта очищать приборъ и можно тотчасъ приступить къ слѣдующему опредѣленію, понизивъ уровень въ пипеткѣ до полевой черты при помощи нижняго крана. Емкость пипетки должна, конечно, сообразоваться съ наибольшимъ объемомъ испытуемаго образца.

Нужно, впрочемъ, замѣтить, что при большомъ размѣрѣ горлышка стклянки малѣйшее (эластичное) расширение его (отъ нажатія пришлифованной пробки) сильно вліяетъ на измѣненіе объема стклянки, а потому и на точность опредѣленія объема испытуемаго образца. Этотъ недостатокъ присущъ также и усовершенствованному объемомѣру Зегера.

Всѣ указанные объемомѣры непригодны для опредѣленія объемнаго вѣса большихъ образцовъ, напр. испытываемыхъ на раздробленіе (см. далѣе—II, Б, а). Если въ лабораторіи имѣются хорошіе „техническіе“ вѣсы *), то опредѣленіе объемнаго вѣса такихъ образцовъ съ достаточной для практики точностью можетъ быть произведено при помощи ци-

*) См. отд. I, А, б—взвѣшиваніе.

линдрического стеклянного сосуда съ пришлифованной *толстой* пластинкой въ видѣ крышки (т. наз. цилиндры для анатомическихъ препаратовъ). Верхній край цилиндра смазывается густой смазкой *) и по наполненіи цилиндра водой покрывающая пластинка надвигается по краю цилиндра, наблюдая, чтобы не оставалось подъ ней пузырьковъ воздуха. Предварительно взвѣшивается цилиндръ, наполненный водой (a гр.); при каждомъ же опредѣленіи объемнаго вѣса взвѣшивается изслѣдуемый образецъ (b гр.) и цилиндръ, наполненный водой послѣ помѣщенія въ него образца (c гр.); объемъ образца равняется: $a - (c - b) = d$ куб. сан.

Здѣсь, очевидно, примѣняется методъ пикнометра, но—съ широкимъ отверстіемъ сосуда (цилиндръ). Вслѣдствіе необходимости употреблять сосуды съ большимъ отверстіемъ, этотъ способъ опредѣленія объемнаго вѣса уступаетъ по точности вышеописаннымъ, хотя указанный недостатокъ прибора—при взвѣшиваніи на техническихъ вѣсахъ,—отчасти компенсируется употребленіемъ большого размѣра образцовъ. Такъ какъ точность взвѣшиванія зависитъ отъ величины взвѣшиваемого груза, то слѣдуетъ имѣть наборъ цилиндровъ различной величины, соразмѣряя при каждомъ опытѣ величину цилиндра съ объемомъ изслѣдуемаго образца.

Наконецъ, при опредѣленіи объемнаго вѣса очень большихъ образцовъ (напр. бетонныхъ массивовъ) остается одинъ путь: объемъ образца опредѣлять *непосредственнымъ измѣреніемъ*.

2) *Опредѣленіе объемнаго (и удѣльнаго) вѣса при помощи гидростатическихъ вѣсовъ*. Опредѣленіе это основывается на законѣ потери вѣса тѣлъ въ жидкости. Опытъ производится такимъ образомъ, что кусокъ (или образецъ) изслѣдуемаго матеріала подвѣшивается на проволоку къ коромыслу вѣсовъ и взвѣшивается сначала въ воздухѣ и затѣмъ—будучи погруженъ въ воду, или другую жидкость, не дѣйствующую на матеріалъ. Называя число, полученное при первомъ взвѣшиваніи, черезъ a , а при второмъ — черезъ b , въ случаѣ

*) Состоящей напр. изъ воска и сала.

воды найдемъ объемный вѣсъ равнымъ $\frac{a}{a-b} = c^*$; въ случаѣ же другой жидкости нужно полученный результатъ помножить на уд. в. этой жидкости.

Въ такомъ видѣ описанный методъ, конечно, можетъ быть примѣненъ лишь при плотномъ матеріалѣ, когда полученный результатъ выразить одновременно объемный и удѣльный вѣсъ матеріала. Для опредѣленія же объемнаго вѣса (тонко) пористаго матеріала взвѣшиваютъ: высушенный образецъ (a гр.), пропитанный водой (b гр.) и погруженный въ воду (c гр.); причемъ объемный вѣсъ будетъ равенъ $\frac{a}{b-c} = d$.

в) Опредѣленіе пористости. Степень пористости строительныхъ матеріаловъ, вліяющая на ихъ прочность, водопроницаемость и воздухопроводность, имѣетъ большое значеніе какъ для надземныхъ построекъ (въ смыслѣ вѣтритиванія матеріала, вентиляціи построекъ и пр.), такъ въ особенности—для гидротехническихъ. *Пористость*, какъ мы видѣли, обыкновенно выражается въ процентахъ — объемныхъ (процентное отношеніе объема поръ къ объему образца, опредѣляемому наружными его очертаніями), или вѣсовыхъ (процентное отношеніе вѣса воды въ объемѣ поръ къ вѣсу образца). Наибольшее затрудненіе представляется при опредѣленіи объема поръ, и по примѣняемымъ для этого опредѣленія методамъ слѣдуетъ отличать тонко-пористые матеріалы отъ крупно-пористыхъ.

1) *Опредѣленіе пористости тонкопористаго матеріала.* Въ этомъ случаѣ объемъ поръ обыкновенно опредѣляется, насыщая образецъ водой и затѣмъ опредѣляя его объемъ при помощи объемомѣра (см. выше). Зная вѣсъ высушеннаго образца (a грам.) и насыщеннаго водой (b грам.), а также его объемъ (c куб. сан.), найдемъ для объемной пористости: $\frac{b-a}{c} \times 100 = e\%$ и для вѣсовой пористости: $\frac{b-a}{a} \times 100 = f\%$. Этотъ способъ—при полномъ насыщеніи

*) Объемъ воды ($a-b$), конечно, нужно привести къ 4^0 С. (см. выше—методъ пикнометра).

образца—даетъ тѣмъ болѣе точные результаты, чѣмъ тоньше поры (капилляры) матеріала; но, съ другой стороны, чѣмъ тоньше поры, тѣмъ труднѣе насытить образецъ водой.

При не особенно мелкихъ (и притомъ сообщающихся) порахъ удается насытить образецъ водой *простымъ погруженіемъ*. Для этой цѣли, помѣстивъ высушенный образецъ въ сосудъ, наливаютъ воды на дно сосуда лишь для смачиванія образца; по мѣрѣ же поднятія влажности въ образцѣ доливаютъ воды, пока не покроется весь образецъ; прилитіе воды должно производиться очень постепенно, чтобы дать возможность воздуху удалиться изъ образца. Этотъ способъ, очевидно, не можетъ дать очень точныхъ результатовъ, такъ какъ тѣ матеріалы, которые легко всасываютъ воду, обыкновенно легко ее и выдѣляютъ, а потому во время взвѣшиванія образецъ не будетъ вполне насыщенъ водой. Тѣмъ не менѣе, вслѣдствіе простоты манипуляцій, этотъ способъ насыщенія образца примѣняется довольно часто.

Въ нѣкоторыхъ лабораторіяхъ этотъ способъ насыщенія служить для сравнительной оцѣнки матеріаловъ на ихъ „водопоглощаемость“ (выражаемую въ вѣсовыхъ процентахъ); причемъ образецъ считается насыщеннымъ, когда пролежитъ въ водѣ 125 час. (см. „Mitteilungen“ Берлинской лабораторіи за 1900 г.).

Если матеріалъ не измѣняется отъ дѣйствія кипящей воды *), то для насыщенія его водой можетъ быть примѣненъ способъ *попеременнаго нагрѣванія и охлажденія* (въ водѣ). Въ этомъ случаѣ, при нагрѣваніи образца, заключающійся въ его порахъ воздухъ расширяется и частью уходитъ изъ образца; при охлажденіи же образца оставшійся воздухъ сжимается и въ поры входитъ вода. Этотъ способъ пропитыванія оказывается очень дѣйствительнымъ; производится онъ въ такомъ порядкѣ. Наполняютъ водой фарфоровую чашку большой вмѣстимости или котелокъ, опускаютъ

*) Строго говоря, такихъ матеріаловъ имѣется очень мало; но для многихъ строительныхъ матеріаловъ ошибка, происходящая отъ дѣйствія на матеріалъ кипящей воды, бываетъ настолько незначительна въ сравненіи съ другими ошибками опыта, что ею можно пренебречь.

въ воду образцы, нагрѣваютъ воду до кипѣнія, поддерживаютъ кипѣніе въ теченіе 1—3 часовъ (смотря по размѣрамъ образцовъ), даютъ охладиться до комнатной температуры (требуется нѣсколько часовъ), снова нагрѣваютъ до кипѣнія и т. д., повторяя операцію до трехъ разъ; затѣмъ вынимаютъ образцы изъ воды, быстро вытираютъ ихъ и взвѣшиваютъ.

Если матеріалъ настолько тонкопористъ, что описанный способъ пропитыванія оказывается мало дѣйствительнымъ (или если матеріалъ не допускаетъ употребленія кипящей воды), то остается примѣнить *внѣшнее давленіе*. По Гауэншильду, для этой цѣли погружаютъ образцы въ воду гидравлическаго пресса и производятъ на нее давленіе до 3 атмосферъ въ теченіе часа. Такъ какъ во многихъ лабораторіяхъ этотъ способъ насыщенія образцовъ непримѣнимъ, то его можно замѣнить періодическимъ *разрѣженіемъ* воздуха надъ водой, пропитывающей образцы (спос. Баушингера). Въ этомъ случаѣ при разрѣженіи наружнаго воздуха расширяется также воздухъ въ порахъ образцовъ и часть его выходитъ наружу; по прекращеніи же разрѣженія наружнаго воздуха оставшійся воздухъ въ порахъ сжимается и въ поры входитъ вода.

Изображенный въ фиг. 13-й (схематически) такъ называемый *вѣсвой объемомѣръ* употребляется въ нашей лабораторіи при испытаніи кубическихъ образцовъ нормального размѣра (7³ сант.) и служитъ одновременно какъ для насыщенія этихъ образцовъ, такъ и для опредѣленія ихъ объема. Приборъ этотъ состоитъ изъ цилиндрическаго стекляннаго сосуда, закрывающагося пришлифованной къ нему (въ горизонтальной плоскости) крышкой въ видѣ опрокинутой толстоствѣнной воронки. Къ отверстію этой воронки пришлифована пробка съ двумя сквозными трубками, изъ которыхъ одна (вертикальная) снабжена полевой чертой, краномъ и воронкой для наливаія воды въ объемомѣръ, другая же (изогнутая) служитъ для выпуска избытка воды, а также—для соединенія со всасывающимъ насосомъ. Кромѣ того, при опредѣленіи удѣльнаго вѣса на выходное отверстіе изогнутой трубки надѣвается (при помощи каучука) стеклянный наконечникъ, суженное отверстіе котораго находится на одномъ уровнѣ съ мѣткой на вертикальной трубкѣ. При

опредѣленіи же пористости на выходное отверстіе вертикальной трубки внутри объемѣра надѣвается каучуковая трубка, оканчивающаяся на днѣ объемѣра. Пришлифованные части объемѣра смазываются тонкимъ слоемъ густой мази *).

Пропитываніе образца водой производится такимъ образомъ. Помѣстивъ образецъ въ приборъ, закрываютъ его крышкой, запираютъ кранъ и, соединивъ изогнутую трубку съ насосомъ, выкачиваютъ воздухъ изъ объемѣра; затѣмъ, не прекращая дѣйствія насоса, постепенно впускаютъ въ объемѣръ изъ воронки (прокипяченную) воду, наблюдая, чтобы воронка постоянно была наполнена водой. Когда вода покроетъ образецъ, то послѣдній обыкновенно оказывается уже насыщеннымъ водой. Если же этого приѣма оказывается недостаточно для полного насыщенія образца, то продолжаютъ попеременно выкачивать воздухъ изъ объемѣра и впускать въ него наружный воздухъ (при покрытомъ водой образцѣ).

Для опредѣленія объема образца, предварительно взвѣсивъ наполненный водой объемѣръ, а также насыщенный образецъ, наливаютъ въ приборъ воды до половины его высоты и опускаютъ въ воду образецъ, наблюдая, чтобы подъ нимъ не оставалось пузырьковъ воздуха. Затѣмъ, закрывъ приборъ, наливаютъ въ него воду черезъ верхнюю воронку до тѣхъ поръ, пока не появится вода изъ наконечника изогнутой трубки. Если подъ крышкой замѣчаются пузырьки воздуха, то ихъ удаляютъ наклоненіемъ прибора. Давъ прибору принять температуру комнатнаго воздуха, производятъ положеніе уровня воды и затѣмъ взвѣшиваютъ приборъ.

Называя вѣсъ объемѣра съ водой черезъ a (постоянная прибора), вѣсъ сухого образца— b , насыщеннаго— c и вѣсъ объемѣра съ образцомъ и водой— d , найдемъ: объемъ образца $= a - (d - c) = e$ куб. с., объемъ поръ $= c - b = f$ куб. сан.; объемная пористость $= \frac{f \times 100}{e} = g\%$.

2) *Опредѣленіе пористости крупно-пористаго матеріала.* Описанные приѣмы опредѣленія объема поръ по насыщенію образца водой совершенно непригодны при крупно-пористомъ матеріалѣ, такъ какъ въ этомъ случаѣ, во время взвѣшиванія насыщеннаго образца, значительная часть воды удалится изъ него. Въ этомъ случаѣ примѣняется слѣдующій

*) Состоящей изъ воска и сала.

приемъ. Опредѣливъ описанными выше способами удѣльный вѣсъ массы (a гр.), объемъ образца (b куб. с.) и вѣсъ его (c гр.) въ высушенномъ состояніи, найдемъ для объема поръ выраженіе: $b - \frac{c}{a} = d$ куб. с. и для объемной пористости — $\frac{d \times 100}{b} = e\%$.

Въ этомъ случаѣ при опредѣленіи объема образца, какъ мы видѣли, нужно покрывать его поверхность непроницаемымъ слоемъ. Опредѣленіе же удѣльнаго вѣса массы образца, не разрушая его, удобно можетъ быть произведено при помощи описаннаго выше вѣсового объемомѣра. Называя вѣсъ прибора съ водой (постоянную прибора) черезъ a , вѣсъ сухого образца черезъ b и вѣсъ прибора съ образцомъ и водой черезъ c , найдемъ для объема массы матеріала (безъ поръ) выраженіе $a - (c - b) = d$ куб. с., а для удѣльнаго вѣса матеріала — $\frac{b}{d} = e$.

Для опредѣленія степени пористости, а также объемнаго и удѣльнаго вѣса крупнопористыхъ матеріаловъ, измѣняющихся отъ воды, можетъ служить способъ Гаваловскаго, состоящій въ слѣдующемъ. Въ градуированный цилиндръ наливается до нѣкоторой высоты ртуть и погружается въ нее испытуемый образецъ (предварительно взвѣшенный — p гр.). По величинѣ поднятія ртути (a куб. с.) опредѣляется объемъ, а слѣдовательно и объемный вѣсъ $\frac{p}{a}$ образца. Для опредѣленія пористости и удѣльнаго вѣса выкачиваютъ изъ цилиндра воздухъ, причемъ ртуть наполнить поры образца и опустится на b куб. сан. слѣдовательно, об. пористость образца — $\frac{b \times 100}{a}$ % и его уд. вѣсъ — $\frac{p}{a - b}$. При мелкопористомъ образцѣ способъ Гаваловскаго годится только для опредѣленія объемнаго вѣса.

г) Опредѣленіе водопроницаемости (водопоглощаемости, воздухопроводности).

Степень водопроницаемости строительнаго матеріала опредѣляется количествомъ воды, протекающимъ въ единицу времени черезъ единицу поверхности (при толщинѣ слоя также равномъ единицѣ) и „при прочихъ одинаковыхъ условіяхъ“. Къ этимъ условіямъ относятся: внѣшнее давленіе

(воды), размѣры и форма капилляровъ (пористаго матеріала) и гигрометрическое состояніе свободной поверхности (въ сторону движенія воды), т. е. находится ли она постоянно въ смоченномъ состояніи, или же отъ испаренія воды высыхаетъ.

На послѣднее условіе обыкновенно не обращаютъ вниманія; между тѣмъ изъ прямыхъ опытовъ оказывается, что оно оказываетъ большое вліяніе на водопроницаемость тонкопористыхъ матеріаловъ, и тѣ изъ нихъ, которые при влажной „свободной поверхности просачиванія“ совершенно не пропускаютъ воды, — оказываются водопроницаемыми, если эта поверхность постоянно высыхаетъ вслѣдствіе испаренія воды *); а такой случай представляется при движеніи воды въ стѣнахъ надземныхъ сооружений, отопливаемыхъ или же овѣваемыхъ вѣтромъ.

Разсмотримъ отдѣльно эти случаи.

1) *Опредѣленіе водопроницаемости при смоченныхъ обѣихъ поверхностяхъ просачиванія.* Къ этому случаю просачиванія воды относятся всѣ гидротехническія сооруженія. Здѣсь побуждающей причиной (для движенія воды) слѣжитъ гидростатическое давленіе (воды), а задерживающими — степень пористости матеріала (размѣры и форма капилляровъ) и толщина слоя (длина капилляровъ) изслѣдуемаго образца. Изъ этихъ причинъ внѣшнее гидростатическое давленіе и толщина образца могутъ быть измѣрены опытнымъ путемъ; что же касается размѣровъ и формы капилляровъ, то о степени ихъ вліянія на водопроницаемость можно получить лишь нѣкоторое понятіе, пользуясь разсмотрѣнными выше методами опредѣленія степени пористости строительныхъ матеріаловъ.

Въ большинствѣ предложенныхъ для опредѣленія степени водопроницаемости строительныхъ матеріаловъ аппаратовъ просачиваніе воды производится черезъ пластинку матеріала (опредѣленной толщины и величины поверхности), зажимаемую въ каучуковомъ кольцѣ аппарата, и съ измѣряемымъ напо-

*) См. Инж. ж. 1890 г.: «О водопроницаемости строительныхъ матеріаловъ» (лабораторная работа).

ромъ воды. Существенное отличіе между различными системами аппаратовъ состоитъ главнымъ образомъ въ способѣ производства и измѣренія этого напора воды. Въ аппаратѣ Фрюлинга напоръ достигается при помощи гидростатическаго давленія водяного или ртутнаго столба (до 3—4 атмосферъ) и измѣряется при помощи открытаго ртутнаго манометра; просачивающаяся черезъ образецъ вода принимается въ измѣрительный цилиндръ. Въ этомъ аппаратѣ напоръ воды постояненъ и измѣряется очень точно; но вслѣдствіе сложности устройства аппарата цѣна его довольно высока. Аппаратъ Рааше отличается отъ аппарата Фрюлинга существенно тѣмъ, что въ немъ напоръ воды производится накачиваніемъ ея въ аппаратъ при помощи ручного насоса (регулируется давленіе воздушнымъ буферомъ) и измѣряется при помощи закрытаго манометра. Такимъ образомъ, какъ по равномерности напора воды, такъ и по способу его измѣренія этотъ аппаратъ уступаетъ аппарату Фрюлинга; стоитъ же онъ столь же дорого. Впрочемъ въ аппаратѣ Рааше можно достигнуть очень сильнаго напора воды на образецъ (до 10 атмосферъ). Нѣсколько проще по устройству, а потому и чаще примѣняются аппараты Тетмайера и Михаэлиса. Въ аппаратѣ Тетмайера напоръ воды получается проведеніемъ ея прямо изъ водопроводнаго крана; измѣряется же этотъ напоръ при помощи металлическаго манометра. Слѣдовательно, и въ аппаратѣ Тетмайера напоръ воды менѣе постояненъ и измѣреніе его менѣе точно, чѣмъ въ аппаратѣ Фрюлинга. Къ недостаткамъ аппарата Тетмайера относится также то, что въ немъ просачиваніе воды черезъ образецъ производится снизу вверхъ, а потому выдѣляющіеся изъ воды пузырьки воздуха будутъ скопляться подъ образцомъ и препятствовать ея просачиванію. Въ аппаратѣ Михаэлиса, подобно тому какъ въ аппаратѣ Фрюлинга и Рааше, вода помещается поверхъ образца и положеніе уровня ея измѣряется по дѣленіямъ открытой измѣрительной трубки; напоръ воды (въ одну атмосферу) достигается выкачиваніемъ воздуха изъ пространства подъ образцомъ. Къ недостаткамъ аппарата Михаэлиса кромѣ непостоянства напора относится также то обстоятельство, что условія просачиванія воды въ этомъ аппаратѣ (въ пустоту)

являются исключительными, рѣдко встрѣчаемыми на практикѣ. Наконецъ, по такъ называемому французскому способу *) опредѣленія водопроницаемости изъ изслѣдуемаго матеріала готовятъ цилиндрической сосудъ (высотой около 10 с., діаметромъ около 5—10 сант., при толщинѣ стѣнокъ около 1 сант.). Въ верхнее отверстіе сосуда плотно вмазывается вертикальная стеклянная трубка съ дѣленіями; сосудъ и трубка (до полого дѣленія) наполняются водой, и о водопроницаемости матеріала судятъ по скорости опусканія воды въ трубку. Этотъ способъ можетъ служить, конечно, лишь для сравнительныхъ испытаній на водопроницаемость.

Нужно замѣтить, что всѣ указанные аппараты выработаны главнымъ образомъ для испытанія водопроницаемости гидравлическихъ растворовъ, а потому и приготовленіе образцовъ для испытанія принаровнено къ этому случаю. Наиболѣе универсальнымъ приборомъ, одинаково пригоднымъ для испытанія образцовъ различныхъ матеріаловъ, является аппаратъ Фрюлинга; но этотъ аппаратъ, какъ мы видѣли, по своей сложности рѣдко примѣняется; чаще пользуются аппаратомъ Михаэлиса, который здѣсь и описывается **).

Аппаратъ Михаэлиса для испытанія водопроницаемости матеріаловъ (фиг. 14) состоитъ изъ двухъ пришлифованныхъ одинъ къ другому стеклянныхъ цилиндровъ (*A* и *B*). Нижній цилиндръ имѣетъ дно; дномъ же верхнему цилиндру служитъ испытываемый на водопроницаемость образецъ *M*, зажаты въ каучуковомъ кольцѣ. Верхній цилиндръ покрывается пришлифованной стеклянной пробкой; въ срединѣ пробки имѣется отверстіе, въ которое посредствомъ каучуковой пробки вставляется измѣрительная трубка *D*. Въ боковое же отверстіе нижняго цилиндра вставляется трубка съ двумя вѣтвями *a* и *b*; одна изъ этихъ вѣтвей посредствомъ толстостѣнной каучуковой трубки соединяется со всасываю-

*) Примѣняемому въ лабораторіи „Ecole de Ponts et Chaussées“ въ Парижѣ.

**) Аппараты Фрюлинга и Рааше описаны въ соч. „Feichtinger. Die Mörtelmaterialien“, а ап. Тетмайера — въ „Mitteilungen“ Цюрихской лабораторіи (6 Heft).

щимъ насосомъ, а другая—съ отвѣсною стеклянною трубкою (длиною около 1 метра), опущенную нижнимъ концомъ въ ртуть и служащую манометромъ.

Испытаніе на водопроницаемость производится въ слѣдующемъ порядкѣ. Испытываемый образецъ насыщается водою, зажимается въ каучуковое кольцо и досылается вмѣстѣ съ нимъ до дна верхняго цилиндра (ставя поверхъ образца деревянный цилиндръ и производя по послѣднему легкіе удары колотушкой). Собираютъ аппаратъ, смазывая пришлифованныя части; наливаютъ поверхъ образца воду до нулевого дѣленія трубки и начинаютъ выкачивать воздухъ изъ подъ образца; причемъ самый способъ наблюденій надъ водопроницаемостью зависитъ отъ состава матеріала и степени его проницаемости. Въ нѣкоторыхъ матеріалахъ (преимущественно въ гидравлическихъ веществахъ) по мѣрѣ просачиванія черезъ нихъ воды поры постепенно суживаются (заволакиваются): въ этомъ случаѣ, выкачивая отъ времени до времени воздухъ, ждутъ, пока просачиваніе воды сдѣлается незначительнымъ, и, установивъ уровень воды на ноль, замѣчаютъ пониженіе его въ извѣстные (напр. суточные) промежутки времени. Если же пористость матеріала не измѣняется при просачиваніи воды, то, собравъ аппаратъ, тотчасъ же начинаютъ наблюденія надъ пониженіемъ уровня воды.

Если приходится производить много испытаній на водопроницаемость, то всѣ указанные аппараты являются малопримѣнимыми, такъ какъ обзаведеніе большимъ количествомъ этихъ аппаратовъ дорого стоитъ и производство опытовъ съ ними довольно сложно. Для этого нерѣдко встрѣчающагося случая не придумано еще вполне пригоднаго аппарата; ниже будетъ указанъ простѣйшій аппаратъ, который въ нѣкоторыхъ случаяхъ могъ бы служить для данной цѣли.

При опредѣленіи водопроницаемости матеріаловъ въ цѣльныхъ штукахъ (плиткахъ, массивахъ), когда является неудобнымъ готовить образцы требуемаго размѣра, указанные выше аппараты также не могутъ быть примѣнены и также для этого случая не выработано метода испытаній.

Обыкновенно поступаютъ такимъ образомъ. На изслѣдуемой грани образца (приведенной въ горизонтальное положеніе) ставится вертикальная стеклянная трубка (діаметромъ около 5 сант.) съ дѣленіями (въ куб. сант.); эту трубку окружаетъ болѣе широкій низкій цилиндръ, и промежуточное пространство заливается воскомъ (лучше—сплавомъ воска съ парафиномъ). Въ измѣрительную трубку наливается вода, по пониженію уровня которой и судятъ о степени водопроницаемости испытываемой части образца.

Для увеличенія точности измѣреній при испытаніи малопроницаемыхъ матеріаловъ въ нашей лабораторіи измѣрительной трубкѣ придается форма опрокинутой воронки, нижняя уширенная часть которой имѣетъ въ поперечникѣ 10 сант., а цилиндрическая часть — около 1 сант. и раздѣлена на десятые части куб. сант. (получается изъ бюретки); внѣшній цилиндръ сдѣланъ изъ цинка и имѣетъ высоту около $2\frac{1}{2}$ сант.; промежутокъ же между воронкой и этимъ цилиндромъ (заливаемый воскомъ съ парафиномъ) около $3\frac{1}{2}$ сант.

2) *Опредѣленіе водопроницаемости въ томъ случаѣ, когда свободная поверхность просачиванія поддерживается сухою.* Этотъ случай, какъ мы видѣли, представляется часто въ надземныхъ сооруженіяхъ и имѣетъ большое значеніе въ гигиеническомъ отношеніи. Здѣсь условія просачиванія сложнѣе, чѣмъ въ предъидущемъ случаѣ. Задерживающими причинами въ этомъ случаѣ, какъ и въ предъидущемъ, служатъ: степень пористости матеріала (форма и размѣры капилляровъ) и толщина изслѣдуемаго образца (длина капилляровъ); побуждающей же причиной (къ просачиванію воды черезъ образецъ) служить не только внѣшнее гидростатическое давленіе, но также всасывающая сила менисковъ, образующихся со стороны открытой поверхности образца, и въ свою очередь зависящая отъ природы (состава) строительнаго матеріала. На сколько велико вліяніе этой силы, видно уже изъ того всеѣмъ извѣстнаго факта, что часто вода поднимается въ стѣнахъ на значительную высоту вопреки гидростатическому давленію поднятаго столба воды. Къ сожалѣнію, на опредѣленіе водопроницаемости строительныхъ матеріаловъ

при разсматриваемыхъ здѣсь условіяхъ до сихъ поръ не обращалось вниманія, а потому и не выработано пригоднаго для этой цѣли аппарата.

Въ нашей лабораторіи, во время производства опытовъ надъ водопроницаемостью различныхъ матеріаловъ въ условіяхъ испаренія влаги со свободной поверхности матеріала, употреблялся слѣдующій приборъ (фиг. 15). Въ нижнюю часть открытаго цилиндра *a* помѣщается испытываемый образецъ *b*; промежутокъ между образцомъ и стѣнками цилиндра заливается расплавленнымъ воскомъ (или смѣсью воска съ парафиномъ). Для воспрепятствованія прониканію замазки въ поры матеріала образецъ сперва смазывается съ боковыхъ сторонъ расплавленной массой при помощи кисти, затѣмъ ставится на свое мѣсто и промежутокъ между образцомъ и цилиндромъ заливается массой. Въ верхнюю часть цилиндра при помощи каучуковой пробки *c* вставляется изогнутая стеклянная трубка *de*. Трубка эта (и свободная часть цилиндра *a*) наполняется (въ опрокинутомъ положеніи) прокипяченною водою и (заткнувъ свободный конецъ пальцемъ) опускается нижнимъ концомъ въ ртутную ванну *e*. Вслѣдствіе испаренія воды съ нижней поверхности образца *b* въ капиллярныхъ его порахъ образуются всасывающіе мениски, заставляющіе воду просачиваться черезъ образецъ. По мѣрѣ же удаленія изъ прибора воды, въ другомъ колѣнѣ трубки поднимается ртуть, давленіе столба которой *h* служитъ мѣрой того напряженія, съ которымъ происходитъ просачиваніе воды (и поднятіе ея въ стѣнахъ зданій) подъ дѣйствіемъ всасывающихъ менисковъ *). Для сравненія въ этомъ отношеніи различныхъ матеріаловъ готовятъ подобный описанному простой аппаратъ для каждаго изъ изслѣдуемыхъ образцовъ и производятъ сравнительныя наблюденія надъ скоростью и наибольшей высотой *h* поднятія ртути.

Если имѣется въ виду произвести также сравнительные опыты надъ просачиваніемъ воды черезъ матеріалъ въ отсутствіи испаренія со свободной поверхности (т. е. когда обѣ поверхности просачиванія находятся въ водѣ), то къ нижнему концу цилиндра *a* подводится сосудъ съ водою (причемъ просачиваніе воды черезъ образецъ будетъ происходить

*) Выдѣляющіеся изъ образца пузырьки воздуха собираются въ верхней части трубки *d*. Вообще же этихъ пузырьковъ не должно быть много, такъ какъ образецъ предварительно насыщается водою и вода для производства опыта берется прокипяченная.

снизу вверхъ подъ гидростатическимъ давленіемъ, выражаемымъ высотой столба ртути h безъ столба воды h') и производятъ наблюденія надъ скоростью опусканія ртути.

Этотъ способъ опредѣленія водопроницаемости, при своей простотѣ, можетъ найти примѣненіе для сравнительной оцѣнки водопроницаемости различныхъ матеріаловъ, когда требуется одновременно произвести большое число опытовъ.

3) *Опредѣленіе водопоглощаемости или гигроскопичности*
Гигроскопичностью строительнаго матеріала называется способность его поглощать влагу изъ сырого воздуха. Это свойство зависитъ не столько отъ пористости матеріала, сколько отъ содержанія въ немъ гигроскопическихъ веществъ. Слѣдовательно, испытаніе въ этомъ отношеніи матеріала можетъ найти мѣсто лишь въ частныхъ случаяхъ. Для этой цѣли испытуемый образецъ высушивается до постояннаго вѣса при 50°C ., охлаждается, взвѣшивается и затѣмъ выдерживается различные сроки (подъ колоколомъ) въ насыщенной парами атмосферѣ (избѣгая дѣйствія на образецъ прямыхъ солнечныхъ лучей и вообще неравномѣрнаго нагрѣванія образца лучистой теплотой). Прибавки въ вѣсѣ выражаются въ вѣсовыхъ процентахъ.

4) *Опредѣленіе воздухопроводности* весьма важно при возведеніи жилыхъ построекъ, имѣя въ виду ихъ естественную вентиляцію. Воздухопроводность матеріала, находясь въ зависимости отъ его пористости, тѣмъ не менѣе не всегда пропорціональна этой пористости и даже—водопроницаемости матеріала. Достаточно указать на тотъ фактъ, что смачиваніе пористаго матеріала водой значительно уменьшаетъ (и даже уничтожаетъ—при мелкопористомъ матеріалѣ) его воздухопроводность; то же дѣйствіе производятъ различныя поверхностныя покрытія—даже въ тонкомъ слоѣ.

Для опредѣленія степени воздухопроводности матеріала можно поступить слѣдующимъ образомъ. Приготавливаютъ изъ изслѣдуемаго матеріала цилиндрической образецъ; боковую поверхность этого образца покрываютъ воскомъ, асфальтовымъ лакомъ (1 ч. асфальта, $\frac{1}{2}$ ч. льнянаго масла и $2\frac{1}{2}$ ч. терпентина), сургучемъ и пр. На одной изъ плоскихъ сто-

тѣмъ въ бѣльшей степени, чѣмъ тоньше поры; 4) точно также различные поверхностныя покрытія (штукатурка, окраска, покрытіе обоями) уменьшаютъ воздухопроницаемость тонкопористыхъ матеріаловъ въ бѣльшей мѣрѣ, чѣмъ крупнопористыхъ; 5) изъ опытовъ на водопроницаемость не всегда можно сдѣлать прямое заключеніе о степени воздухопроницаемости строительныхъ матеріаловъ.

Б. Отношеніе матеріаловъ къ внѣшнимъ механическимъ усиліямъ.

Къ этой главѣ относится: испытаніе матеріаловъ на раздробленіе (на разрывъ, переломъ и пр.), опредѣленіе степени твердости матеріаловъ и сопротивленія ихъ стиранію, опредѣленіе упругихъ свойствъ матеріаловъ.

При производствѣ механическихъ испытаній не достаточно знать предѣльное усиліе, которое матеріаль выдерживаетъ (временное сопротивленіе матеріала), а желательно также знать зависимость между дѣйствующимъ усиліемъ и получаемой деформаціей матеріала (коэффициентъ упругости), а также—то предѣльное усиліе, до котораго коэффициентъ упругости остается постояннымъ и остающіяся деформаціи составляютъ незначительную часть отъ всей деформаціи матеріала (предѣль упругости матеріала). Для изслѣдованія механическихъ свойствъ металлическихъ матеріаловъ (особенно желѣзныхъ) устраиваются спеціальныя механическія лабораторіи. Что же касается каменныхъ строительныхъ матеріаловъ, то такъ какъ для нихъ опредѣленіе упругихъ свойствъ не имѣетъ того значенія, какъ для желѣза (остающіяся деформаціи составляютъ значительную часть отъ всей деформаціи матеріала, и вслѣдствіе неравномѣрности строенія матеріала разнообразятся результаты), долгое время механическія испытанія каменныхъ строительныхъ матеріаловъ ограничивались полученіемъ цифръ временного сопротивленія, и лишь въ послѣднее время стали обращать вниманіе также и на упругія свойства этихъ матеріаловъ, чему не мало способствовало усовершенствованіе въ приготовленіи нѣкоторыхъ искусственныхъ матеріаловъ (бетоновъ, примѣняющихся теперь для

возведения довольно сложных сооружений), а также — появление упрощенных приборов и методов для измерения деформаций при испытании каменных материалов.

а) Испытание на раздробление (переломъ, срезывание).

Примечание. Испытание на разрывъ, вследствие трудности приготовления образцовъ, не получило общего значения для всехъ каменных материалов и применяется главнымъ образомъ для вязкихъ веществъ (приготовление образцовъ формовой), а потому и будетъ изложено въ специальной части курса (см. ч. 2-я — вязкие вещества). Приблизительная величина сопротивления на разрывъ можетъ быть определена по опытамъ на переломъ (см. ниже).

Если образецъ каменнаго материала подвергается раздавливающимъ усилиямъ, то обыкновенно замѣчается не полное раздробленіе образца, а раскалываніе его на нѣсколько частей, изъ которыхъ каждая сохраняетъ еще связность частицъ; напр., получается двѣ пирамиды, основаниями которыхъ служатъ плоскости давленія, и 4 пирамиды, основания которыхъ — боковыя грани образца (фиг. 16). Чѣмъ равномернѣе строеніе материала, тѣмъ правильнѣе и рѣзче очерчены образующіеся при раздавливаніи образца пирамиды, и въ этомъ случаѣ, какъ въ особенности показали изслѣдованія Дюран-Клаве^{*)}, есть полная возможность по раздавливающему усилию определить сопротивленіе образца на срезываніе (см. ниже).

Впрочемъ, при неравномерномъ строеніи материала (что часто встрѣчается на практикѣ) это опредѣленіе оказывается непригоднымъ; причемъ вопросъ усложняется еще тѣмъ обстоятельствомъ, что вследствие неравномерности строенія материала и направленности въ направленіи давящихъ усилий, происходящихъ при раздавливаніи образца пирамиды не всегда имѣютъ правильную форму и одинаковое начертаніе. При извѣстной формѣ образца получается или одна основная пирамиды (фиг. 17), или двѣ усѣченные (фиг. 18); причемъ въ послѣднемъ случаѣ сопротивленіе этихъ пирамидъ материалу оказывается сильно разнорѣчнымъ. Подобныя же усѣченные пи-

*) Annales des ponts et chaussées, 1898 г., № 2.

рамыды получаються при малой высотѣ образца (сравнительно съ размѣрами его основаній—фиг. 19); если же высота образца значительно превосходитъ ширину основанія, то получается или одна пирамида *), отъ вершины которой идетъ трещина къ другому основанію образца (фиг. 20), или—двѣ основныхъ пирамиды, вершины которыхъ соединяются трещиной (фиг. 21); получаютъ также и другія менѣ правильныя формы. При цилиндрической формѣ образца основныя пирамиды превращаются въ основныя конусы.

Такимъ образомъ, при испытаніи каменнаго строительнаго матеріала на раздробленіе происходитъ не раздробленіе матеріала, а раскалываніе его по нѣкоторымъ плоскостямъ. Впрочемъ, такъ какъ въ постройкахъ происходитъ подобное же разрушеніе матеріала, то цифры, полученныя при испытаніяхъ, имѣютъ практическое значеніе.

При выборѣ *формы и размѣровъ* образца для испытанія весьма важное значеніе имѣетъ вопросъ, какое вліяніе эти факторы оказываютъ на сопротивленіе образца при его раздавливаніи.

Если мы примемъ за основную форму образца ту, при которой получаютъ вполне законченныя пирамиды (фиг. 16), то замѣтимъ, что при увеличеніи высоты этого образца сопротивленіе его на раздавливаніе (отнесенное къ единицѣ площади основанія) вообще говоря уменьшается, что въ особенности замѣтно при значительномъ увеличеніи высоты, когда образецъ можетъ получить прогибъ; при уменьшеніи же высоты образца (сравнительно съ основной формой) сопротивленіе его на раздавливаніе увеличивается, что объясняется присоединеніемъ къ сопротивленію скалыванія образца по боковымъ гранямъ пирамидъ также сопротивленія сжатію средней части образца, гдѣ соприкасаются усѣченныя пирамиды. Если основаніе образца вмѣсто квадратной имѣетъ круговую форму, то сопротивленіе его на раздавливаніе нѣсколько повышается, при прямоугольной же формѣ основанія—понижается. Нѣкоторыми изслѣдователями предложены эмпирическія формулы, показывающія зависимость между формой (и размѣромъ) образца и сопротивленіемъ его на раздавливаніе **). Для двухъ образцовъ, имѣющихъ геометрически

*) Обыкновенно пирамида образуется у подвижной доски пресси.

**) См. „Черепашинскій. Исп. камен. строит. матеріаловъ“. Ж. Мин. Пут. Сообщ. 1890 г.

подобную форму, но различные размеры, въ частныхъ случаяхъ для большаго образца можетъ получиться большая цифра сопротивленія на раздавливаніе, чѣмъ для меньшаго образца, и наоборотъ; первый результатъ часто получается для неоднороднаго матеріала, содержащаго, напр., крупныя включения, расположеніе которыхъ сильно вліяетъ на сопротивленіе образца малыхъ размеровъ; второй же результатъ получается въ томъ случаѣ, когда малый образецъ удается приготовить (или выбрать изъ природнаго матеріала) болѣе тщательно, чѣмъ большой. Эти случаи будутъ указаны во второй (спеціальной) части курса.

Здѣсь слѣдуетъ указать на тотъ выводъ, принимаемый многими изслѣдователями, что „сопротивленіе на раздавливаніе геометрически подобныхъ образцовъ изъ совершенно однороднаго матеріала не должно зависѣть отъ ихъ размеровъ“. Такимъ образомъ, для полученія сравнимыхъ результатовъ нужно производить испытанія надъ образцами геометрически подобныхъ формъ. Однако же, имѣя въ виду недостаточную однородность строенія каменныхъ матеріаловъ, обыкновенно испытываемымъ образцамъ придаютъ форму куба *).

Въ практическомъ отношеніи имѣетъ большое значеніе вопросъ, какое сопротивленіе оказываетъ матеріалъ, когда давящія усилія распределены *не по всей площади* матеріала **). При лабораторномъ испытаніи матеріаловъ этотъ случай выражается тѣмъ, что одна (фиг. 22) или обѣ (фиг. 23) давящія доски испытательной машины имѣютъ площадь меньшую площади образца.

Bauschinger, на основаніи опытовъ надъ песчаниками, пришелъ къ заключенію, что „разрушенію противодѣйствуетъ главнымъ образомъ призма, основанія которой опредѣляются площадью давящей доски прессы (или соотвѣтственной прокладки); остальная же часть образца принимаетъ мало участія въ сопротивленіи“. Однако этотъ выводъ оказался не вполне точнымъ.

*) См. работы „Martens'a“ (въ „Mittheilungen“ Берлинской лабораторіи за 1896 г.) и „Durand-Claye“ (въ Annales d. ponts et chaussées за 1888 г.).

**) Напр., при опредѣленіи сопротивленія мостовыхъ устоевъ давленію, лежащихъ на нихъ фермъ.

Новѣйшіе опыты показываютъ, что въ разсматриваемомъ случаѣ при расчетѣ сопротивленія матеріала на раздавливаніе нужно принимать площадь давленія, меньшую площади образца, но большую площади давящей доски пресса (или прокладки) *).

Машины для испытанія на раздавливаніе (прессы).

Главнѣйшія части пресса назначаются: 1) для закрѣпленія образца, 2) для произведенія на него давленія и 3) для измѣренія этого давленія.

Способъ закрѣпленія образца въ прессѣ, для полученія правильныхъ результатовъ, долженъ удовлетворять двумъ условіямъ: 1) Поверхности, передающія давленіе на образецъ, должны плотно соприкасаться съ гранями образца и 2) равнодѣйствующая давленій должна проходить по геометрической оси образца. Для удовлетворенія этимъ условіямъ какъ поверхности давящихъ досокъ пресса, такъ и грани образца должны быть выравнены подѣ плоскость и расположены перпендикулярно къ направленію давящихъ усилій; на случай неполной параллельности между собою граней образца, по крайней мѣрѣ одна изъ давящихъ досокъ пресса должна быть подвижной.

Употребленіе мягкихъ и упругихъ прокладокъ между давящими досками пресса и образцомъ, для полученія плотнаго соприкосновенія ихъ поверхностей, дало неудовлетворительные результаты. Для увеличенія поверхности давящихъ досокъ пресса (при испытаніи большихъ образцовъ) можно рекомендовать употребленіе стальныхъ гладко струганныхъ досокъ; для выравниванія же поверхностей образцовъ (если послѣдніе не могутъ быть шлифованы) можно покрывать эти поверхности какимъ-либо хорошо твердѣющимъ растворомъ (напр., изъ портландскаго цемента); причемъ требуется, чтобы растворъ по твердости не уступалъ испытываему образцу. Для облегченія установки образца въ центральномъ положеніи относительно направленія давящихъ на него силъ, на давящихъ доскахъ пресса дѣлаются соотвѣтственные отмѣтки.

*) См. между прочимъ опыты въ Штутгардской Технической лабораторіи (Zeitschr. d. Arch. u. Ingen. Vereins in Hannover, 1896 г., №№ 1 и 2).

Вообще же о степени правильности закрѣпленія образца въ прессѣ можно судить по результатамъ раздавливанія образца. Неправильность положенія образца относительно равнодѣйствующей давленій, а также неплотность соприкосновенія образца съ давящими досками пресса обнаруживаются несимметричнымъ положеніемъ призмъ относительно геометрической оси образца и неправильностями въ начертаніи этихъ призмъ (впрочемъ, послѣднее явленіе можетъ обнаружиться также при неравномѣрномъ строеніи матеріала, изъ котораго приготовленъ образецъ).

Относительно момента отсчета давленія, выдерживаемаго образцомъ, существуетъ два мнѣнія: одни считаютъ опредѣляющимъ прочность образца то давленіе, при которомъ получается первая трещина; другіе же требуютъ доведенія давленія до полного разрушенія образца; въ таблицахъ испытаній нѣкоторыхъ лабораторій даются обѣ данныя. Разрѣшеніе поставленнаго вопроса тѣмъ болѣе важно, что отношеніе обихъ сопротивленій часто измѣняется въ большихъ предѣлахъ. Раннее образованіе трещины можетъ происходить отъ двухъ причинъ: 1) отъ неравномѣрности строенія (и даже присутствія скрытыхъ трещинъ внутри) образца и 2) отъ слишкомъ малой эластичности (большой хрупкости) матеріала; причемъ онъ будетъ чувствителенъ къ малѣйшимъ неправильностямъ въ установкѣ образца; послѣдній случай нерѣдокъ при испытаніи каменныхъ строительныхъ матеріаловъ.

При равномѣрномъ строеніи матеріала появленіе ранней трещины можетъ даже служить признакомъ неправильной установки образца въ прессѣ, главнымъ образомъ—вслѣдствіе неплотнаго соприкосновенія его съ давящими досками. Если отсчетъ давленія производится при помощи манометра, то раннее появленіе трещины легко обнаруживается тѣмъ, что послѣ появленія подобной трещины показанія манометра продолжаютъ еще повышаться; между тѣмъ, при правильной установкѣ образца разрушеніе его тотчасъ обнаруживается паденіемъ манометра даже раньше, чѣмъ глазъ замѣтитъ появленіе трещинъ на образцѣ.

Производитель механическаго давленія долженъ быть такъ устроенъ, чтобы это давленіе передавалось образцу плавно,

безъ толчковъ. Производители эти раздѣляются на рычажные и гидравлическіе; первые неудобны для полученія большихъ давленій. Для производства гидравлическаго давленія не годятся обыкновенные насосы, работа которыхъ сопровождается толчками, а примѣняются обыкновенно или винтовые поршни, или компрессоры (аккумуляторы).

Измѣрители испытываемаго образцомъ *напряженія* также могутъ быть раздѣлены на рычажные и гидравлическіе (манометры). Достоинство первыхъ—легкость провѣрки ихъ показаній, недостатокъ же—требованіе нѣкоторой сноровки при производствѣ наблюденій; достоинство вторыхъ—автоматичность показаній, недостатокъ — зависимость показаній отъ температуры, необходимость провѣрки этихъ показаній. Для отсчета большихъ давленій примѣняются пружинные манометры, которые, кромѣ указанныхъ недостатковъ, отличаются еще малой чувствительностью.

Относительно *выбора* испытательной *машины* нужно имѣть въ виду, что точность показаній пресса должна соотвѣтствовать степени однородности матеріала и цѣли производства испытаній (научной, для приѣмки матеріала, или для провѣрки качествъ извѣстнаго матеріала). Вотъ почему въ техническихъ лабораторіяхъ наряду съ очень точными машинами примѣняются и менѣе точныя, но удобныя по своей портативности, скорости работы и пр. Далѣе приводится описаніе нѣсколькихъ прессовъ, которые по своей компактности и удобству обращенія, при вполнѣ достаточной точности даваемыхъ ими показаній, нашли большое примѣненіе въ техническихъ лабораторіяхъ.

Мы видѣли, что для производства большихъ давленій наиболѣе удобны гидравлическіе прессы, для меньшихъ же давленій могутъ быть примѣнены также рычажные прессы, которые въ этомъ случаѣ могутъ быть устроены очень компактными и даже переносными.

Рычажный прессъ Шикерта, въ Дрезденѣ (фиг. 24 по 27) можетъ быть рекомендованъ для временныхъ лабораторій по простотѣ сборки его и отсутствію въ немъ мелкихъ

частей. Прессъ этотъ имѣетъ 4 рычага G, F, K, O, снабженные призмами по концамъ и въ средней части. Рычаги F и G своими концевыми призмами упираются въ части B и C, заключенныя между стойками A, и разстояніе между которыми можетъ быть увеличиваемо или уменьшаемо передвиженіемъ клина D. Другіе концы рычаговъ F и G при помощи висячихъ рамокъ соединяются съ призмами T и H рычага K, который въ свою очередь при помощи висячей рамки N соединяется съ рычагомъ O; рычагъ этотъ упирается своею среднею призмой на верхнюю часть неподвижной рамы A, а на его длинномъ концѣ виситъ ведро Q для принятія груза. На средней призмѣ рычага F виситъ рама S, на нижнюю часть которой кладется испытываемый образецъ T, поверхъ него — плитка W, затѣмъ призма V, упирающаяся въ среднюю призму рычага G. На особой вертикальной стойкѣ съ зубчатою полосой можетъ быть передвигаемъ вверхъ и внизъ ящикъ съ дробью, изъ котораго послѣдняя по произволу высыпается въ ящикъ Q. Противовѣсъ X служитъ для приведенія въ равновѣсіе рычаговъ въ началѣ опыта. Ось L, укрѣпленная въ неподвижной рамѣ M, служитъ только для того, чтобы рычаги не качались.

При производствѣ опыта освобождаютъ клинъ D, ставятъ на мѣсто образецъ T и поверхъ него плитку W и призму V, вдвигаютъ клинъ D до приведенія рычаговъ въ равновѣсіе, выпускаютъ равномерною струей дробь въ ящикъ Q и послѣ раздавленія образца взвѣшиваютъ ящикъ Q съ дробью. Для перехода къ давленію, выдерживаемому образцомъ, напередъ должно быть установлено отношеніе между этимъ давленіемъ и тѣмъ грузомъ, который получается на вѣсахъ. Передача силы при помощи рычаговъ происходитъ въ отношеніи 1:500. Наибольшій размѣръ образца 10 сант. въ сторонѣ куба; наибольшее давленіе на него до 50 тоннъ.

Изъ гидравлическихъ прессовъ въ техническихъ лабораторіяхъ примѣняются прессы Brink и Hübner'a, Weber'a (для малыхъ давленій), Suchier и др. *); отсчетъ давленія въ

*) Описаніе этихъ прессовъ можно найти въ соч. „Schoch. Die moderne Aufbereitung d. Mörtmaterialien“.

этихъ прессахъ производится при помощи пружинныхъ манометровъ. Наиболѣе же заслуживаютъ вниманія прессы, построенные по идеѣ проф. Amagat, въ которыхъ почти совершенно уничтожено треніе между поршнемъ и стѣнками цилиндра, и отсчетъ давленія производится при помощи открытаго ртутнаго манометра. Прессы эти не имѣютъ прокладокъ (манжетъ) между поршнемъ и стѣнками цилиндра; просачиваніе же жидкости устраняется хорошей пришлифовкой поршня (мѣднаго) къ отверстію цилиндра и употребленіемъ въ цилиндрѣ жидкости съ густой консистенціей (кастороваго масла); для уменьшенія же высоты открытаго манометра при большихъ давленіяхъ передача давленія этому манометру производится при помощи вспомогательнаго (дифференціальнаго) пистона, имѣющаго меньшую площадь сѣченія, чѣмъ главный поршень пресса. Прессы этого типа разработаны заводомъ Amsler-Laffon'a (въ Швейцаріи), хотя въ настоящее время и другіе заводы (напр. Brink и Hübner) стали также примѣнять въ своихъ прессахъ идеи Amagat. Прессы Amsler-Laffon'a строятся различныхъ размѣровъ (для производства давленій отъ 2 до 100 тоннъ); здѣсь описывается 30 тонный прессъ, который можетъ служить для большинства испытаній каменныхъ строительныхъ матеріаловъ и по цѣлесообразности своей конструкціи можетъ быть рекомендованъ какъ нормальный прессъ для техническихъ лабораторій.

Нормальный прессъ Амслера, въ 30 тоннъ давленія. Въ фиг. 28 представленъ общій видъ пресса и въ фиг. 29—вертикальный разрѣзъ средней части пресса (показывающій расположеніе пистоновъ въ цилиндрахъ). На чугунномъ полѣ основаніи *A* укрѣпленъ двойной цилиндръ *B* пресса; части цилиндра соединены двумя колоннами *B*, въ верхней части которыхъ находится поперечная балка *Г*, служащая маткой для зажимнаго винта *Д*; для измѣренія гидравлическаго давленія служитъ открытый ртутный манометръ *Е*. Обѣ давящія доски (*a* и *б*) снабжены яблочными (полушаровыми) шарнирами. Гидравлическое давленіе въ прессѣ про-

изводится при помощи винтового поршня *в*, приводимаго въ движеніе при посредствѣ системы зубчатыхъ колесъ вращеніемъ рукоятки *г*. Въ фиг. 29 показанъ вертикальный разрѣзъ обоихъ цилиндровъ пресса. Внутренность верхняго цилиндра наполнена касторовымъ масломъ (или глицериномъ)*). Давящій (на образецъ) поршень *д* имѣетъ мѣдную оболочку, припильфованную къ стѣнкамъ цилиндра; по оси цилиндра имѣется каналъ (запираемый винтовымъ краномъ *е*), служащій для пополненія масла въ цилиндрѣ. Для передачи гидравлическаго давленія пресса ртути манометра служить дифференціальный поршень *ж*; для избѣжанія затормаженія поршня отъ загрязненія его стѣнокъ, поршень этотъ при работѣ пресса автоматически приводится въ движеніе при помощи качающагося рычага *з*. Непосредственно подъ поршнемъ *ж* находится масло (накачиваемое въ нижній цилиндръ при помощи небольшого насоса), а подъ масломъ — ртуть манометра. На шкалѣ манометра показаны абсолютныя давленія (на образецъ) въ тоннахъ и относительныя — въ килограммахъ на квадрат. сантим. поверхности давленія нормальнаго образца (имѣющаго 7 сантим. въ сторонѣ куба).

Максимальное поднятіе ртути въ манометрической трубкѣ указывается желѣзнымъ поплавкомъ, подвѣшеннымъ на нити, которая задерживается, при опусканіи ртути, посредствомъ особаго тормазы, помѣщеннаго на верху манометра. Такъ какъ при производствѣ раздавливанія образца требуется довольно медленное досыланіе поршня *в* въ цилиндръ пресса, то для избѣжанія потери времени во время выдвиганія поршня изъ цилиндра, въ этомъ случаѣ автоматически (при началѣ вращенія рукоятки *г* въ обратную сторону) происходитъ перемена въ зацепленіяхъ зубчатыхъ колесъ, причемъ выдвиганіе поршня *в* происходитъ очень быстро.

Для провѣрки показаній манометра между давящими досками пресса вмѣсто образца закрѣпляется особый рычажный аппаратъ; на свободныхъ концахъ рычаговъ подвѣшиваются чашки (вѣсовъ), нагружаемыя гири.

Испытаніе образца на раздавливаніе производится въ слѣдующемъ порядкѣ: 1) вращеніемъ рукоятки *г* (по напра-

*) Этимъ же масломъ смазываются полушарія давящихъ досокъ.

влению часовой стрѣлки) выдвигаютъ поршень *в* изъ цилиндра (до обозначенной на прессѣ мѣтки); 2) вращеніемъ рукоятки *Д* поднимаютъ верхнюю давящую доску *б*; 3) при помощи нѣсколькихъ качательныхъ движеній рукоятки *г* удостовѣряются, что ртуть въ трубкѣ манометра передвигается свободно; 4) отмѣчается положеніе (начальное) ртути (или поплавка) на шкалѣ манометра; 5) приводятъ нижнюю давящую доску *а* въ горизонтальное положеніе и ставятъ на нее (центрально) образецъ, предварительно удостовѣрившись, что нижняя и верхняя грани его представляютъ строго плоскости *); 6) зажимаютъ образецъ вращеніемъ винта *Д*; 7) вращеніемъ рукоятки *г* (обратно направленію часовой стрѣлки) производятъ раздавливаніе образца (какъ уже было сказано, при равномерномъ строеніи образца и правильномъ его положеніи въ прессѣ паденіе ртути манометра замѣчается раньше, чѣмъ появленіе трещинъ на образцѣ); 8) обратнымъ движеніемъ рукоятки *г* и винта *Д* приводятъ поршень *в* и зажимный винтъ въ прежнее положеніе; 9) снимаютъ и разсматриваютъ раздавленный образецъ, причемъ по формѣ и положенію образовавшихся призмъ и пирамидъ судятъ о степени правильности произведеннаго опыта.

При испытаніи матеріаловъ неоднороднаго строенія, съ крупными включеніями (напр., частей кладки, бетоновъ), весьма важное значеніе имѣетъ надлежащій размѣръ образца, и при маломъ размѣрѣ получаются неправильные результаты. Такимъ образомъ, приходится испытывать образцы, имѣющіе до 30 и болѣе сант. въ сторонѣ куба и выдерживающіе давленіе до 300 тоннъ. Въ большихъ лабораторіяхъ имѣются для этой цѣли сильныя прессы; но такъ какъ эти прессы громоздки (и дороги), то проф. Martens **) выработалъ типъ гидравлическаго прессы для большихъ давленій, кото-

*) Съ этой цѣлью, прижимая образецъ руками къ плоскости давящей доски, стараются раскачивать его; въ этомъ случаѣ уже по ощущенію пальцевъ легко судить, по всѣмъ ли направленіямъ образецъ плотно прилегаетъ къ давящей доскѣ. Въ нѣкоторыхъ лабораторіяхъ съ тою же цѣлью стараются просунуть съ различныхъ сторонъ между образцомъ и давящей доской листъ бумаги.

**) Директоръ правительственной лабораторіи въ Шарлотенбургѣ.

статочной. Конечно, манометры должны быть провѣрены; провѣрка же пресса (и опредѣленіе значеній показаній манометровъ въ тоннахъ давленія пресса) можетъ быть произведена по сравненію его съ другимъ прессомъ (напр., нормальнымъ прессомъ Амслера) при испытаніи на сжатіе или на прогибъ образцовъ одинаковаго сопротивленія *).

Испытаніе на переломъ производится обыкновенно надъ призматическими образцами при помощи сосредоточенной нагрузки P (фиг. 31); при этомъ наибольшее напряженіе матеріала происходитъ у середины образца—внизу (растяженіе) или вверху (сжатіе). Если это напряженіе (σ) не превосходитъ предѣла упругости матеріала (т. е. относительныя растяженія и сжатія пропорціональны напряженіямъ), то его можно вычислить по формулѣ: $\sigma = \frac{M \cdot v}{I}$, въ которой M означаетъ сгибающій моментъ, v —разстояніе точки приложенія наибольшаго напряженія σ отъ оси, проходящей черезъ центръ тяжести сѣченія и перпендикулярной къ плоскости изгиба, и I —моментъ инерціи сѣченія по отношенію къ той же оси. Обозначая разстояніе между крайними опорными точками черезъ l , ширину образца—черезъ a , высоту—черезъ b и полагая, что нейтральная ось при изгибѣ проходитъ на половинѣ (?) высоты образца, найдемъ: $\sigma = \frac{3}{2} \cdot \frac{Pl}{ab^2}$.

Имѣя въ виду, что при испытаніи каменныхъ матеріаловъ разрушеніе образца происходитъ въ нижней кромкѣ, т. е. наибольшее напряженіе происходитъ на разрывъ (такъ какъ сопротивленіе каменныхъ матеріаловъ на разрывъ гораздо меньше, чѣмъ на раздавливаніе), то послѣдней формулой пользуются иногда для опредѣленія сопротивленія на разрывъ, т. е. принимаютъ: $R = \frac{3}{2} \cdot \frac{Pl}{ab^2}$ (гдѣ R есть сопротивленіе на разрывъ, отнесенное къ единицѣ площади); и этотъ способъ

*) Нормальные образцы для испытаній на сжатіе готовятся изъ мѣди, а для испытаній на прогибъ—изъ стали. Механикъ Клебе въ Мюнхенѣ готовитъ очень удобный для провѣрки прессовъ аппаратъ, дѣйствіе котораго основано на прогибѣ стальной плиты; величина прогиба указывается стрѣлкой. Значеніе показаній стрѣлки устанавливается заранее.

въ особенности удобенъ при испытаніи матеріала неоднороднаго строенія (напр., заключающаго крупныя включенія), такъ какъ призматическіе образцы для испытанія на переломъ легко могутъ быть приготовлены большихъ размѣровъ и не требуютъ сильныхъ прессовъ.

Однако же послѣдняя формула не даетъ дѣйствительнаго сопротивленія на разрывъ; причина заключается въ томъ, что передъ разрушеніемъ образца не соблюдается принятое условіе пропорціональности деформаций напряженіямъ; притомъ для каменныхъ матеріаловъ разница между сопротивленіями на разрывъ и на раздавливаніе очень значительна и нейтральная ось не проходитъ на половинѣ высоты образца *). Обыкновенно опредѣленное по послѣдней формулѣ „кажущееся“ сопротивленіе на разрывъ значительно выше „дѣйствительнаго“, по Durand-Claye приблизительно на $\frac{1}{4}$ или $\frac{1}{3}$. Мы увидимъ впоследствии **), что при непосредственномъ испытаніи на разрывъ „кажущееся“ сопротивленіе ниже дѣйствительнаго, по Durand-Claye — на $\frac{1}{3}$. Поэтому Durand-Claye полагаетъ, что среднее арифметическое между сопротивленіями на разрывъ, полученными двумя указанными способами (т. е. непосредственными опытами на разрывъ и посредствомъ опытовъ на переломъ) — очень близко къ дѣйствительному сопротивленію матеріала.

Для производства испытаній на переломъ легко можетъ быть приспособленъ всякій прессъ, предназначенный для испытаній на раздавливаніе. Для этой цѣли между давящими досками пресса располагается передаточный аппаратъ для испытаній на переломъ, существенную часть котораго составляютъ три призмы, изъ которыхъ средняя укрѣплена неподвижно, а крайнія могутъ быть сближаемы между собою или удаляемы. Давящія ребра призмъ, вообще говоря, должны быть параллельны между собою; но на случай нѣкоторыхъ неправильностей въ формѣ образца крайнія призмы дѣлаются нѣсколько подвижными. При испытаніи твердыхъ матеріаловъ

*) По «теоріи Melan'a», разстояніе нейтральной оси отъ нижней (наиболѣе напряженной на разрывъ) кромки балки (Z) относится ко всей высотѣ балки (h), какъ: \sqrt{N} къ $1 + \sqrt{N}$, гдѣ N выражаетъ отношеніе коэффициентовъ упругости матеріала, полученныхъ при испытаніяхъ на раздавливаніе и на разрывъ. Проверочные опыты Bauschinger'a помѣщены въ „Mittheilungen“ Мюнхенской лабораторіи за 1896 г.

**) См. спец. ч. курса—вязущія вещества—испытаніе на разрывъ.

ребра призмъ дѣлаются въ видѣ прямого угла; при болѣе или менѣе мягкихъ матеріалахъ эти ребра закругляются.

Въ фиг. 32 показано *приспособленіе нормальнаго пресси* (Амслеръ-Лафона) *къ испытаніямъ на переломъ*. Къ верхней давящей доскѣ пресси привинчивается (боковыми винтами) плитка съ прикрѣпленной къ ней верхней призмой. Нижняя же давящая доска пресси снимается, и на пистонъ насаживается массивная часть съ прикрѣпленной къ ней горизонтальной цилиндрической балкой, снабженной дѣленіями. По обоимъ концамъ балки свободно передвигаются обоймы съ призмами. Чтобы призмы не могли опрокидываться, обоймы снабжены выступами, ходящими въ продольномъ пазу балки; но пазъ нѣсколько шире выступа, а потому призма можетъ получать небольшой наклонъ въ ту или другую сторону.

Нормальный аппаратъ для испытаній на разрывъ также снабжается иногда приспособленіемъ для испытаній на переломъ (см. спеціальн. ч.—исп. вяжущихъ вещ.).

Для опредѣленія упругихъ свойствъ матеріала при испытаніи на изгибъ къ прессу приспособляется иногда измѣрительный аппаратъ, показывающій величину прогибовъ образца соотвѣтственно измѣненію нагрузки. Устройство этихъ аппаратовъ не представляетъ особыхъ затрудненій, такъ какъ деформациі при изгибѣ значительно больше, чѣмъ при растяженіи или сжатіи.

Сопротивленіе матеріала на срѣзываніе можетъ быть опредѣлено различными способами. Непосредственное испытаніе на срѣзываніе не даетъ вполне удовлетворительныхъ результатовъ, такъ какъ при этихъ опытахъ происходитъ отчасти изгибъ образца. Сопротивленіе матеріала на срѣзываніе можно опредѣлить также по результатамъ *опытовъ на скручиваніе*. Для этой цѣли служитъ цилиндрическій образецъ съ призматическими концами — для помѣщенія въ захватахъ испытательной машины. Обозначая діаметръ образца черезъ d , изгибающій моментъ (до разрушенія образца) — M и напряжение отъ срѣзыванія — r , имѣемъ: $M = \frac{\pi}{16} d^3 r$ и $r = \frac{16}{\pi} \frac{M}{d^3}$.

Имѣя въ виду, что при испытаніи на раздавливаніе происходитъ, собственно говоря, срѣзываніе матеріала, предлагаютъ опредѣлять сопротивленіе матеріала на срѣзываніе по результатамъ опытовъ на раздавливаніе; но при этомъ для полу-

ченія удовлетворительныхъ результатовъ требуется точно опредѣлять положенія плоскости скалыванія (срѣзыванія) при раздавливаніи образца (при образцахъ призматической формы уголъ, составляемый этими плоскостями съ основаніями образца, обыкновенно бываетъ близокъ къ 60°), такъ какъ съ измѣненіемъ наклона этихъ плоскостей, а также при полученіи вмѣсто одной пирамиды—двухъ, въ особенности—усѣченныхъ, отношеніе между сопротивленіями на раздавливаніе и на срѣзываніе измѣняется въ большихъ предѣлахъ (Черепашинскій). При матеріалахъ же одного рода и одинаковой формѣ образцовъ послѣднимъ отношеніемъ, какъ показали Durand-Claye, можно пользоваться для опредѣленія сопротивленія на срѣзываніе. Въ болѣе же общемъ случаѣ, сопротивленіе срѣзыванію можетъ быть опредѣлено вычисленіемъ, если извѣстно точное положеніе плоскостей скалыванія при раздавливаніи образца. Вообще же при испытаніи каменныхъ матеріаловъ сопротивленіе срѣзыванію опредѣляется очень рѣдко.

Изъ вышеприведенныхъ разъясненій способовъ разрушенія образцовъ при различныхъ механическихъ испытаніяхъ каменныхъ строительныхъ матеріаловъ мы видимъ, что эти разрушенія, при малой упругости каменныхъ матеріаловъ, могутъ быть сведены къ двумъ способамъ: разрушеніе разрывомъ и разрушеніе срѣзываніемъ. Первый способъ разрушенія матеріала происходитъ при испытаніяхъ на разрывъ и на переломъ, а второй—при испытаніяхъ на раздавливаніе и на срѣзываніе.

б) Опредѣленіе твердости, способности къ обработкѣ и сопротивленія стиранію.

Относительная твердость каменнаго матеріала оказываетъ вліяніе на его крѣпость, сопротивленіе вывѣтриванію, способность къ обработкѣ, къ полировкѣ и пр., а потому опредѣленіе степени твердости имѣетъ большое значеніе.

Относительная твердость матеріаловъ однороднаго состава и строенія можетъ быть опредѣлена при помощи шкалы Моссса: 1—талъкъ, 2—каменная соль, 3—известковый шпатъ, 4—плавиковый шпатъ, 5—анатитъ, 6—ортоклазъ, 7—кварцъ, 8—топазъ, 9—корундъ и 10—алмазъ. Минералы эти распо-

ложены по степени увеличивающейся твердости: талькъ легко чертится ногтемъ, плавиковый шпатъ чертится только стальнымъ ножомъ, кварцъ же почти не получаетъ впечатлѣнія отъ стального ножа; твердости 8, 9 и 10 рѣдко встрѣчаются между строительными матеріалами. Опредѣленіе степени твердости строительнаго матеріала по способу Мооса производится такимъ образомъ: по гладкой поверхности испытываемаго матеріала проводятъ черту (царапають) острымъ угломъ различныхъ минераловъ шкалы Мооса; причемъ твердость матеріала будетъ выражаться тѣмъ номеромъ (минерала) шкалы Мооса, который оставляетъ на немъ лишь едва замѣтную тонкую черту. Для провѣрки проводятъ острымъ угломъ испытываемаго матеріала по поверхности выбраннаго минерала шкалы Мооса; причемъ и на этомъ минералѣ должна получаться едва замѣтная черта.

Шкала Мооса не годится для опредѣленія степени твердости матеріаловъ неоднороднаго состава и строенія, такъ какъ различныя части царапаемой поверхности будутъ различно относиться къ отдѣльнымъ минераламъ шкалы Мооса. Поэтому о твердости сложныхъ породъ судятъ лишь приблизительно, принимая во вниманіе твердость преобладающаго минерала.

О твердости хрупкихъ матеріаловъ (какими являются большинство каменныхъ) можно также судить по сопротивленію ихъ стиранію *) (см. далѣе).

Такъ какъ *способность* камня къ механической *обработкѣ* зависитъ не только отъ его твердости, но также отъ степени вязкости (и структуры), то проще всего эта способность можетъ быть опредѣлена „практически“ непосредственной обработкой (теской, распиловкой, сверленіемъ, ударомъ и пр.). Причемъ, для испытанія каменныхъ матеріаловъ на сопротивленіе сверленію и ударной работѣ (имѣющихъ значеніе при добываніи камней) предлагаются нѣкоторыя правила, но опредѣленныхъ методовъ еще не выработано (см. спец. ч. курса—естественные ка. ини).

*) Геологъ Rosiwal предлагаетъ опредѣлять твердость камней по потерѣ вѣса ихъ послѣ шлифовки съ опредѣленной работой.

Испытаніе на стираніе (abrazivierung). Испытанію на стираніе (abrazivierung) подвергаются матеріалы, употребляемые для устройства половъ, тротуаровъ, мостовыхъ и пр. Въ виду неразработанности теории сопротивленія матеріаловъ на стираніе, испытанія эти слѣдуетъ отнести (подобно испытаніямъ на сѣрленіе, удары) къ „практическимъ“, при производствѣ которыхъ стараются, по возможности, воспроизвести тѣ разрушающія вліянія, которымъ матеріалъ подвергается въ постройкѣ.

Для испытанія каменныхъ матеріаловъ на стираніе чаще всего применяется аппаратъ, предложенный проф. Hausehinger^{*)}, — такъ называемый шлифовальный кругъ Баушингера. Горизонтальный чугунный дискъ (толщ. около 3 сант. и діаметромъ 122 сант.) укрѣпленъ на вертикальной оси, при помощи которой (при посредствѣ зубчатыхъ зацепленій) приводится въ быстрое вращательное движеніе (отъ руки или механическаго привода); для опредѣленія числа оборотовъ диска имѣется счетчикъ. По концамъ одного изъ діаметровъ диска укрѣплены надъ дискомъ (не касаясь диска, промежутокъ около 3 миллим.) двѣ рамки. Въ эти рамки вставляются свободно испытываемые образцы, которые лежатъ на дискѣ и придавливаются къ нему съ желаемымъ усиленіемъ при помощи рычага съ передвижнымъ грузомъ; рамки же служатъ лишь для того, чтобы образцы не увлеклись вращающимся дискомъ. Рамки по желанію могутъ быть передвижаемы по направленію радіуса диска, и такимъ образомъ измѣняется длина пути, проходимого образцомъ при полномъ оборотѣ диска. Для увеличенія тренія между образцомъ и дискомъ у каждой рамки укрѣплена воронка, имѣющая внизу механическую мѣрку, при поворотѣ которой высыпается на пути образца 20 гр. шмергеля (№ 3).

Испытаніе на стираніе производится въ такомъ порядкѣ. Въ одну изъ рамокъ вставляется испытываемый образецъ, въ другую — такъ называемый нормальный образецъ, служащій для сравненія. Образцы имѣютъ обыкновенно форму

^{*)} Описание и чертежи см. „Mittheilungen aus d. mech.-tech. Laboratorium, zu München, Heft. XI.

куба и должны быть предварительно высушены и взвѣшены (съ точностью до 0,1 гр.). Употребляя вкладныя рамки, можно испытывать образцы различнаго размѣра (напр., въ 10, 7 и 5 сант. въ сторонѣ), въ зависимости отъ степени твердости матеріала. Нагрузка образца принята въ 30 килогр. (при площади образца въ 7² сант.); разстояніе его отъ центра диска— въ 50 сант.; скорость вращенія диска—около 20 оборотовъ въ минуту. Послѣ каждыхъ 20 оборотовъ высыпается 20 гр. шмергеля; послѣ 100 оборотовъ производится вторичное взвѣшивание образца. Вѣсовая потеря отъ стиранія переводится на объемную (въ куб. сант.), для чего предварительно долженъ быть опредѣленъ объемный вѣсъ матеріала. Опытъ повторяется нѣсколько разъ, въ зависимости отъ степени однородности матеріала (см. спеціальн. ч. курса), и берется средній результатъ.

Заслуживаетъ также вниманія аппаратъ для испытанія каменныхъ матеріаловъ типа Dorgy *). Въ этомъ аппаратѣ горизонтальный вращающійся дискъ имѣетъ въ діаметрѣ лишь 70 сант.; а потому аппаратъ получается компактнымъ, удобнымъ для установки и переноски. Посыпаемый на поверхность диска шлифующій порошокъ (кварцевый песокъ) смачивается водой (для чего на нѣкоторой высотѣ надъ дискомъ имѣется резервуаръ съ водой, отъ котораго идутъ каучуковыя трубки съ кранами къ испытываемымъ образцамъ). Смачиваніе шлифующаго порошка водой, во-первыхъ, имѣетъ ту выгоду, что не получается пыли при работѣ; во-вторыхъ, шлифующій порошокъ распредѣляется болѣе равномерно по поверхности диска. При производствѣ испытаній на стираніе нужно, конечно, имѣть въ виду, что результаты, полученные при смоченномъ шлифовальномъ порошокѣ, не вполне сравнимы съ тѣми результатами, которые получены при сухомъ порошокѣ **). Въ аппаратѣ Dorgy имѣется также приспособленіе для измѣренія величины опусканія образца вслѣдствіе стиранія; но этотъ способъ опредѣленія степени стиранія образца нельзя назвать удачнымъ, такъ какъ на степень опусканія образца имѣетъ вліяніе также количество

*) Описаніе этого аппарата помѣщено въ „Baumaterialienkunde“, 1896—1897, Heft 14—15.

**) Обыкновенно въ смоченномъ состояніи образецъ сильно изнашивается.

плывущаго порошка и способъ его распределенія под образцомъ.

Проф. Canavazzi, производившій опыты съ аппаратомъ Doty, нашелъ, что степень стирания образца, кромѣ свойствъ материала, зависитъ, главнымъ образомъ, отъ величины груза, приходящагося на единицу площади (трения) образца и отъ длины пути, пройденнаго образцомъ по поверхности диска, и мало зависитъ (въ извѣстныхъ предѣлахъ) отъ скорости вращения диска, размѣра образца и пр. Для сравненія различныхъ материаловъ на сопротивленіе стиранию Canavazzi предлагаетъ принять такъ называемый коэффициентъ стирания $V = \frac{h}{p \times l}$, гдѣ h выражаетъ высоту слоя образца (въ метрахъ), удаленную стираниемъ, p — грузъ (въ килогр.) на кв. сант. поверхности трения и $l = 2\pi r \times n$ — путь, пройденный образцомъ по поверхности диска. «Удельнымъ коэффициентомъ» (ϵ) Canavazzi называетъ отношеніе коэффициента стирания испытываемаго материала (V_1) къ коэффициенту стирания нормальнаго образца (V_2). При производствѣ опытовъ Canavazzi применялась нагрузка образца въ 0,1 килогр. на кв. сант. поверхности трения, и пройденный образцомъ путь — въ километры.

При испытаніи на стираніе камней неправильнаго вида (булыжника, щебня для шоссе) применяется аппаратъ Devall, состоящій изъ вращающихся цилиндрическихъ сосулокъ, въ которыхъ стираніе поверхности камней происходитъ въ слѣдствіе тренія ихъ другъ о друга (см. спец. ч. курса — испытаніе мостовъ, камней).

в) Опредѣленіе упругихъ свойствъ материаловъ (при сжатіи).

Выше было показано, что вследствие несовершенной упругости каменныхъ материаловъ и ихъ неоднородности, на ихъ крѣпленіе упругихъ свойствъ разныхъ материаловъ мало обращаютъ вниманія; но въ послѣднее время (въ особенности съ развитіемъ бетонныхъ конструкций) опыты въ этомъ направленіи начинаютъ входить въ практику строительныхъ лабораторій. Поэтому и здѣсь слѣдуетъ дать понятие о методѣ опредѣленія упругихъ свойствъ каменныхъ материаловъ.

Упругія свойства сжатываемаго материала характеризуется такъ называемымъ коэффициентомъ упругости и предѣломъ упругости. Коэффициентомъ упругости при сжатіи называется постоянное (до предѣла упругости) отношеніе между

давленіями (напряженіемъ образца) и соотвѣтствующими имъ относительными сжатіями образца: $E = \frac{P_n}{\omega \cdot \lambda_n}$, гдѣ ω выражаетъ поперечное сѣченіе образца, P_n — сжимающія усилія и λ_n — соотвѣтствующія относительныя сжатія. Предѣломъ же упругости, какъ мы видѣли, называется то предѣльное усиліе, до котораго коэффициентъ упругости остается постояннымъ. Для каменныхъ матеріаловъ, какъ увидимъ далѣе, коэффициентъ и предѣлъ упругости имѣютъ нѣсколько условное значеніе.

Для опредѣленія происходящихъ въ испытываемомъ образцѣ деформаций (сжатія, растяженія) на призматической (или цилиндрической) части образца наносятся мѣтки, разстояніе между которыми измѣряется при помощи особыхъ инструментовъ. Измѣрительный инструментъ или насаживается непосредственно на образецъ (причемъ для увеличенія точности измѣренія относительное перемѣщеніе мѣтокъ увеличивается при помощи системы рычаговъ, или — сообщая вращеніе зеркалу, въ которомъ отражается отдаленная шкала, — зеркальные инструменты), или же соединяется съ образцомъ посредственнымъ путемъ, напримѣръ, при помощи проволокъ (причемъ онъ не только показываетъ измѣненіе разстоянія между мѣтками, но и зачерчиваетъ это измѣненіе въ видѣ діаграммы кривой напряженій) и пр. Эти измѣрительные инструменты подробно разсматриваются при оборудованіи механическихъ лабораторій; здѣсь же приводится описаніе аппарата (построеннаго механикомъ Клебе въ Мюнхенѣ), который, по удобству манипуляцій съ нимъ, при вполне достаточной точности показаній *), можно рекомендовать для небольшихъ техническихъ лабораторій.

Измѣрительный аппаратъ Клебе (фиг. 33). На боковой поверхности испытываемаго образца проводятся двѣ параллельныя мѣтки, разстояніе между которыми (l) служитъ основнымъ для измѣреній. На высотѣ этихъ мѣтокъ прикрѣпляются къ образцу двѣ металлическія рамки (А и В) при помощи трехъ винтовъ, острія которыхъ упираются въ мѣтки на образцѣ. Къ верхней рамкѣ съ двухъ противоположныхъ сторонъ ея прикрѣплены два измѣрительныхъ аппарата съ дисками, дѣленія которыхъ указываются стрѣлками. Вращеніе стрѣлокъ сообщается при посредствѣ насаженной на ея ось шестерни (G), зацѣпляемой зубчаткой (F), находящейся

*) Съ этимъ аппаратомъ (большая модель) работалъ проф. Бахъ (см. ниже).

на длинном концѣ рычага (FED), въ короткое плечо котораго (D) упирается остріемъ стойка (C). На нижнемъ концѣ этой стойки находится углубленіе, въ которое упирается остріе винта, ходящаго въ нижней рамѣ. Такимъ образомъ, при сжатіи образца стойка (C), нажимая на короткое плечо рычага (DEF), сообщаетъ вращеніе стрѣлкѣ. Чтобы имѣть возможность производить измѣренія при различной высотѣ образца (различномъ разстояніи между мѣтками), въ аппарату Клебе прилагаютъ трехъ размѣровъ стойки (C). При производствѣ опыта записываются показанія стрѣлокъ на обоихъ дискахъ и берется среднее. Передвиженіе стрѣлки на одно дѣленіе диска (въ 1 миллим. длиной) соответствуетъ передвиженію короткаго плеча (D) рычага въ $\frac{1}{300}$ миллим., имѣя въ виду, что на глазъ можно отмѣнить передвиженіе стрѣлки на $\frac{1}{4}$ миллим., имѣемъ точность измѣреній приборомъ Клебе въ $\frac{1}{1200 \times 1}$ измѣряемой длины (1 миллим.).

Важнѣйшія изслѣдованія по опредѣленію упругихъ свойствъ каменныхъ строительныхъ матеріаловъ произведены Rauschinger'омъ, Gilmore'омъ, Hartig'омъ и Bach'омъ; изъ этихъ изслѣдованій можно вывести слѣдующія общія заключенія *):

1) Каменные матеріалы не имѣютъ предѣла упругости, такъ какъ для нихъ остающіяся деформации составляютъ значительную часть отъ всей деформации матеріала.

2) При первыхъ опытахъ получаются очень непостоянныя деформации, которыя дѣлаются постоянными лишь при повторенной нагрузкѣ; повторенная нагрузка не измѣняетъ упругую работу (выражаемую площадью кривой напряженій **), если величина этой нагрузки не превышаетъ предѣла безопаснаго напряженія матеріала (прочнаго сопротивленія).

3) При повторенныхъ напряженіяхъ кривая въ предѣлахъ прочнаго сопротивленія матеріала часто близко приближается къ прямой (особенно при твердомъ матеріалѣ); въ другихъ случаяхъ близкаго соответствія не наблюдается. При большихъ же нагрузкахъ деформации дѣлаются очень непостоянными и часто (но не всегда) сильно растутъ съ нагрузкой. Для очень малыхъ напряженій (близкихъ къ нулю) также не удается достигнуть постоянства деформаций обыкновенными методами.

*) Опыты Rauschinger'a и Hartig'a помѣшались въ „Mittheilungen“ Мюнхенской механич. лабораторіи, а опыты Bach'a—въ „Zeitschr. d. Vereins Deutsch. Ingenieure“.

**) Кривая напряженій, какъ извѣстно, строится откладывая по оси абсциссъ деформации матеріала (напр. сжатія), а по оси ординатъ—вызывающія ихъ напряженія (нагрузки),—см. ф. 34.

Такимъ образомъ: а) для каменныхъ матеріаловъ коэффициентъ упругости можетъ быть опредѣленъ лишь условно, исключая изъ общихъ деформаций матеріала остающіяся деформации; предѣлъ же упругости часто совсѣмъ не можетъ быть опредѣленъ въ виду того, что при большихъ нагрузкахъ деформации дѣлаются непостоянными; б) для опредѣленія деформаций нужно повторять одну и ту же нагрузку, пока деформация не сдѣлается постоянной, и в) нужно начинать опыты съ малыхъ нагрузокъ, въ предѣлахъ прочнаго сопротивленія матеріала, и лишь по окончаніи этихъ опытовъ переходить къ болѣе сильнымъ нагрузкамъ *). Для ускоренія работы можно поступать такимъ образомъ: сначала при помощи одной серіи образцовъ приблизительно опредѣлить предѣлъ прочнаго сопротивленія матеріала и затѣмъ уже производить болѣе точные опыты надъ другой серіей образцовъ, нагружая ихъ сначала (минуть на 5—10, для достиженія постоянныхъ величинъ сжатій) наибольшимъ грузомъ, не превышающимъ предѣла прочнаго сопротивленія матеріала. При производствѣ повторенной нагрузки не слѣдуетъ вполнѣ разгружать образецъ, такъ какъ это ведетъ къ полученію непостоянныхъ результатовъ **).

Коэффициентъ упругости и предѣлъ упругости опредѣляются (на основаніи результатовъ опытовъ) или вычисленіемъ, или графически, построивъ кривую напряженій; причемъ, за предѣлъ упругости ***) каменнаго матеріала принимается то наибольшее напряженіе, до котораго коэффициентъ упругости (опредѣляемый для послѣдовательно увеличивающихся нагрузокъ) приблизительно сохраняетъ одинаковую величину, или же—то наибольшее напряженіе, до котораго кривая упругости приблизительно можетъ быть принята за прямую; за коэффициентъ же упругости каменнаго матеріала принимается средняя изъ величинъ его, опредѣленныхъ до предѣла упругости матеріала. Для поясненія сказаннаго здѣсь приводится частный случай, показывающій порядокъ производства наблюденій и вычисленіе коэффициента упругости.

*Опредѣленіе коэффициента упругости (и предѣла упругости) гранитнаго образца ****).* Образецъ цилиндрическій; средній

*) Впрочемъ, при работѣ съ измѣрительными аппаратами, насаживаемыми непосредственно на образецъ, приходится прекращать опытъ раньше полнаго разрушенія образца,—для избѣжанія порчи инструмента.

**) Мы увидимъ далѣе, что кривая напряженій близъ нулевой нагрузки можетъ быть опредѣлена графически, вызывая въ одномъ и томъ же образцѣ положительныя (сжатія) и отрицательныя (растяженія) деформации.

***). Если онъ можетъ быть опредѣленъ.

****) Взято изъ опытовъ С. Bach'a (Zeitschr. d. ver. deutsch. Ingenieure, 1897, № 9).

диаметръ—21,50 сан.; средняя площадь: $\frac{\pi}{4} \cdot 21,5^2 = 363,1$ кв. сан.; высота—105,05 сан.; высота, подлежащая измѣренію—75 сан.; вѣсъ образца—100,83 килограмм.; объемный вѣсъ—2,64.

Нагрузка въ килограмм.		Отсчеты въ $\frac{1}{1000}$ сан.		Сумма	Сжатіе въ $\frac{1}{1000}$ сан.			Примѣчанія.
Общая.	На 1 кв. сан.	Слева.	Справа.	отсчетовъ.	Общее.	Остаточное.	Упругое.	
0	13,8	0	0	0	3,89	0,42	3,47	Температура: 19,9° С.
5000		2,67	1,22	3,89				
0		0,33	0,09	0,42	3,98	0,48	3,50	
5000		2,45	1,53	3,98				
0		0,37	0,11	0,48				
5000	27,5	2,60	0,38	3,98	3,98	0,48	3,50	20,1° С.
0		0,37	0,11	0,48				
10000		5,17	3,64	8,81	8,81	1,22	7,59	
0		0,77	0,45	1,22				
10000		5,22	3,70	8,92	8,92	1,29	7,63	
0	41,3	0,81	0,48	1,29				20,0° С.
10000		5,26	3,75	9,01	9,01	1,33	7,68	
0		0,83	0,50	1,33				
10000		5,25	3,87	9,12	9,12	1,36	7,76	
0		0,85	0,51	1,36				
10000	55,1	5,25	3,92	9,17	9,17	1,41	7,76	20,0° С.
0		0,88	0,53	1,41				
10000		5,39	3,78	9,17	9,17	1,41	7,76	
0		0,88	0,53	1,41				
15000		7,69	6,35	14,04	14,04	2,07	11,97	
0	70,0	1,18	0,89	2,07				20,0° С.
15000		7,70	6,49	14,19	14,19	2,15	12,04	
0		1,20	0,95	2,15				
15000		7,70	6,56	14,26	14,26	2,22	12,04	
0		1,22	1,00	2,22				
15000	85,0	7,72	6,62	14,34	14,34	2,26	12,08	20,0° С.
0		1,25	1,01	2,26				
15000		7,73	6,67	14,40	14,40	2,31	12,09	
0		1,28	1,03	2,31				
15000		7,82	6,58	14,40	14,40	2,31	12,09	
0	100,0	1,28	1,03	2,31				20,0° С.
20000		10,01	9,12	19,13	19,13	2,89	16,24	
0		1,53	1,36	2,89				

Такимъ образомъ, въ первомъ рядѣ опытовъ постоянство сжатія достигается при третьей переменнѣй нагрузкѣ, во второмъ — при шестой, въ третьемъ — при шестой и т. д.; если бы при началѣ опытовъ нагрузить образецъ на нѣкоторое время наибольшимъ грузомъ, не превосходящимъ предѣла прочнаго сопротивленія матеріала, то постоянство сжатія достигалось бы при гораздо меньшемъ числѣ переменныхъ нагрузокъ. Представленная здѣсь таблица опытовъ прервана для сбереженія мѣста, такъ какъ и изъ приведенной ея части ясно виденъ порядокъ записыванія результатовъ опытовъ; для дальнѣйшихъ же вычисленій приводятся вкратцѣ необходимыя данныя изъ всей таблицы опытовъ Баха.

Переменная нагрузка въ килогр.		Сжатія на 75 сан. въ $\frac{1}{600}$ сан.			Примѣчанія.
Общая.	На 1 кв. сан.	Общее.	Остаю- щееся.	Упругое.	
0 до 5000	0 до 13,8	3,98	0,48	3,50	
0 — 10000	0 — 27,5	9,17	1,41	7,76	
0 — 15000	0 — 41,3	14,40	2,31	12,09	
0 — 20000	0 — 55,1	19,62	3,16	16,46	
0 — 25000	0 — 68,9	25,02	4,21	20,81	
0 — 30000	0 — 82,6	29,89	4,98	24,91	
0 — 40000	0 — 110,2	39,74	6,88	32,86	
0 — 50000	0 — 137,7	48,39	8,36	40,03	
0 — 60000	0 — 165,2	57,12	10,03	40,09	

Эти же данныя изображены діаграммой (фиг. 34). Опредѣляя коэффициентъ упругости (E) матеріала соотвѣтственно различнымъ нагрузкамъ, найдемъ для него слѣдующія величины:

При нагрузкѣ отъ 0 до 13,8 кил. $E_1 = \frac{600.75.13,8}{3,50} = 177.400$

„ „ „ 13,8 „ 27,5 „ $E_2 = \frac{600.75 (27,5 - 13,8)}{7,76 - 3,50} = 144.700$

„ „ „ 27,5 „ 41,3 „ $E_3 = \frac{600.75 (41,3 - 27,5)}{12,09 - 7,76} = 143.400$

„ „ „ 41,3 „ 55,1 „ $E_4 = \frac{600.75 (55,1 - 41,3)}{16,46 - 12,09} = 142.100$

„ „ „ 55,1 „ 68,9 „ $E_5 = \frac{600.75 (68,9 - 55,1)}{20,81 - 16,46} = 12.800$

При нагрузкѣ отъ	68,9	до	82,6	"	$E_6 = \frac{600.75 (82,6 - 68,9)}{24,91 - 20,81} = 150.200$
"	"	"	82,6	" 110,2	" $E_7 = \frac{600.75 (110,2 - 82,6)}{32,86 - 24,91} = 156.200$
"	"	"	110,2	" 137,7	" $E_8 = \frac{600.75 (137,7 - 110,2)}{40,03 - 32,86} = 172.500$
"	"	"	137,7	" 165,2	" $E_9 = \frac{600.75 (165,2 - 137,7)}{47,09 - 40,03} = 175.300$

Изъ этихъ выкладокъ мы видимъ, что при нагрузкѣ отъ 13,8 до 110,2 кил. на кв. сан. коэффициентъ упругости матеріала довольно постояненъ; то же самое показываетъ кривая упругостей (фиг. 34), которая въ этихъ предѣлахъ нагрузки почти сливается съ прямой. При очень малой нагрузкѣ рассматриваемый методъ, какъ мы видѣли, не пригоденъ для опредѣленія коэффициента упругости. При нагрузкахъ выше 110,2 кил. на кв. сан. коэффициентъ упругости начинаетъ сильно возрастать, а при нагрузкахъ выше 165,2 кил. на кв. сан. наблюдаемыя сжатія сдѣлались на столько непостоянными, что дальнѣйшіе опыты пришлось прекратить. Такимъ образомъ, въ предѣлахъ нагрузки до 110,2 кил. на кв. сан. за коэффициентъ упругости матеріала можно принять средній изъ наблюденныхъ, а именно: $E = \frac{E_2 + E_3 + E_4 + E_5 + E_6 + E_7}{6} = 146500$. Что же касается предѣла упругости, то онъ въ данномъ случаѣ не можетъ быть опредѣленъ обыкновенными методами въ виду невозможности установить величины сжатій образца при большихъ нагрузкахъ. Рассматривая опредѣленіе предѣла упругости съ практической точки зрѣнія—съ цѣлью по величинѣ его установить предѣлъ прочнаго (безопаснаго) сопротивленія матеріала, можно было бы такимъ предѣломъ считать нагрузку въ 165,2 кил. на кв. сан., выше которой сжатія матеріала получаютъ неопредѣленный, а потому и не безопасный (въ смыслѣ примѣненій матеріала) характеръ. Для рассматриваемаго матеріала временное сопротивленіе на раздавливаніе оказалось равнымъ 1006 кил. на кв. сан.; слѣдовательно, принимая предѣлъ прочнаго сопротивленія изслѣдуемаго матеріала въ 165,2 кил. на кв. сан., мы ограничиваемся коэффициентомъ безопасности въ $\frac{1}{6}$; обыкновенно же для него принимаютъ величину нѣсколько меньшую ($\frac{1}{10}$ до $\frac{1}{20}$).

Опредѣленіе упругихъ свойствъ строительныхъ матеріаловъ, какъ было упомянуто, можетъ также производиться при испытаніи ихъ на изгибъ. При этомъ, называя длину образца черезъ L , ширину — a , высоту — b , изгибающій

грузъ черезъ P и величину прогиба— h , получимъ для коэффициента упругости выраженіе: $E = \frac{1}{4} \frac{P}{h} \frac{L^3}{ab^3}$ *).

В. Отношеніе матеріаловъ къ измѣненіямъ температуры.

Къ настоящей главѣ относится: испытаніе матеріаловъ на сопротивленіе морозу и быстрымъ измѣненіямъ невысокихъ температуръ (механическому вывѣтриванію); опредѣленіе степени плавкости матеріаловъ и сопротивленія ихъ быстрымъ измѣненіямъ высокихъ температуръ (испытаніе на огнеупорность); опредѣленіе теплоемкости, теплопроводности и коэффициента расширенія матеріаловъ.

а) Испытаніе матеріаловъ на сопротивленіе механическому вывѣтриванію. (Испытаніе на морозъ).

Разрушеніе матеріаловъ при дѣйствіи мороза (замерзающей воды) и быстрыхъ измѣненій температуры (а также неравномѣрнаго нагрѣванія) относится къ т. наз. „механическому вывѣтриванію“ **). Разрушительное дѣйствіе мороза обнаруживается лишь въ томъ случаѣ, если матеріаль можетъ насыщаться водой, слѣдовательно — при пористомъ матеріалѣ, а также содержащемъ трещины (хотя бы невидимыя для глаза); эти трещины могутъ образоваться также при обработкѣ матеріала (и его добываніи), подъ вліяніемъ быстрыхъ измѣненій температуры и пр. Быстрыя измѣненія температуры производятъ тѣмъ большія разрушенія въ камнѣ, чѣмъ неоднороднѣе его строеніе и неравномѣрнѣе нагрѣваніе, а послѣднее въ свою очередь зависитъ отъ направленія солнечныхъ лучей, плохой теплопроводности матеріала, его цвѣта и пр.

Прямое испытаніе на механическое вывѣтриваніе, подвергая матеріаль дѣйствію атмосферныхъ вліяній, требуетъ много времени, а потому рѣдко производится. Обыкновенно

*) За дальнѣйшими подробностями относительно механическихъ испытаній отсылаемъ къ руководствамъ по строительной механикѣ.

**) Объ испытаніяхъ на т. наз. «химическое вывѣтриваніе» см. въ примѣчаніи къ I Отд.

скія испытанія образцовъ, подвергавшихся и неподвергавшихся замораживанію и пр. (см. 2-ю ч. курса). Для замораживанія образцовъ въ большихъ техническихъ лабораторіяхъ имѣются спеціальныя аппараты (на подобіе тѣхъ, которые употребляются для полученія искусственнаго льда *); въ меньшихъ же лабораторіяхъ низкая температура (до -12 — -17° С.) получается при помощи смѣси изъ толченаго льда (2 ч.) и поваренной соли (1 ч.). Здѣсь приводится описаніе двухъ типовъ охладительныхъ приборовъ, могущихъ служить для меньшихъ лабораторій.

Охладительный ящикъ емкостью около 20 литров **) представленъ въ фиг. 35 (вертикальный разрѣзъ). Наружный ящикъ (№ 1-й) сдѣланъ изъ дерева и снаружи обитъ войлокомъ. Въ этотъ ящикъ вставляется другой—меньшій (№ 2-й), также деревянный, но обитый внутри жестию; промежутокъ между обоими ящиками наполняется древесными опилками. Въ ящикъ № 2-й вставляется цинковый ящикъ (№ 3-й), назначаемый для помѣщенія образцовъ; этотъ ящикъ имѣетъ въ длину 50 сант., въ ширину 25 сант. и въ высоту 15 сант. Промежутокъ между ящиками № 2 и № 3 наполняется охладительной смѣсью (изъ 3 ч. льда и 1 ч. соли). Поверхъ ящика № 3 ставится цинковый ящикъ № 4, также наполняемый охладительной смѣсью; этотъ ящикъ покрывается жестянымъ листомъ. Такимъ образомъ, ящикъ съ образцами со всѣхъ сторонъ окруженъ охладительной смѣсью, а эта послѣдняя окружена плохими проводниками тепла (древесными опилками). При вкладываніи и выниманіи образцовъ (а также для добавленія охладительной смѣси) снимаютъ крышку съ ящика № 1-й (и часть опилокъ), затѣмъ—жестяной листъ, и вынимаютъ ящикъ № 4. Со дна ящика № 2 идетъ внаружу отводная трубка (не показанная на чертежѣ) для удаленія воды, получающейся при таяніи льда.

*) Въ настоящее время рекомендуются охладительныя машины Линде.

**) Механической лабораторіи И. И. Путей Сообщенія (Thonindustrie-Zeitung, 1892 г. № 52).

Охладительный шкапъ емкостью въ 10 литровъ *) представляеть въ фиг. 36 и 37 (вертикальные разрѣзы). Цинковый ящикъ *А* своей узкой стороною выходитъ внаружу шкапа. Это отверстіе, назначаемое для вставленія образцовъ въ шкапъ, закрывается деревянной втулкой *а* съ подушечкой, наполненной волосомъ. Образцы кладутся на толстый цинковый листъ *б* (съ закраинами), свободно вдвигаемый въ пространство *А* и снабженный со стороны наружнаго отверстія ящикомъ *в*, наполняемымъ охлаждающей смѣсью **). Пространство, назначаемое для помѣщенія образцовъ, имѣетъ въ длину 35 сант., въ ширину 15 сант. и въ высоту 18 сант. ***) Пространство это окружается охлаждающей смѣсью, насыпаемой въ цинковый ящикъ *Б*; дно этого ящика наклонно и имѣетъ отводящую внаружу трубку для стока воды ****). Ящикъ *Б* закрывается сверху жестянымъ листомъ. Пространство между ящикомъ *Б* и наружнымъ деревяннымъ ящикомъ *В* наполняется волосомъ. Ящикъ *В* закрывается деревянной крышкой, снабженной снизу волосяной подушкой *Г*. При выниманіи образцовъ открываютъ втулку *а* и выдвигаютъ листъ *б* съ образцами (закрывая снова втулку). Для пополненія охлаждающей смѣси достаточно открыть снабженную подушечкой крышку *Г* и затѣмъ жестяной листъ. Весь шкапъ ставится на ножки *Д* — такой высоты; чтобы удобно было производить манипуляціи съ нимъ; ножки снизу могутъ быть снабжены роликами—для болѣе удобнаго передвиганія шкапа *****).

Описанный охлаждательный шкапъ можно рекомендовать для небольшихъ лабораторій, такъ какъ всѣ манипуляціи съ нимъ производятся быстро и удобно, и пополненіе ола-

*) Технической лабораторіи Ник. Инженерной Академіи.

**) Опыты показали, что этотъ ящикъ съ удобствомъ можетъ быть замѣненъ волосяной подушечкой.

***) Имѣя въ виду испытаніе кубическихъ образцовъ въ 5, 7 и 10 сант. въ сторонѣ, а также цѣльныхъ кирпичей.

****) Для воспрепятствованія попаданію въ ящикъ *Б* наружнаго воздуха на выходной конецъ этой трубки надѣвается каучуковая трубка, опускаемая другимъ концомъ въ воду.

*****) Въ зимнее время для сбереженія охлаждающей смѣси шкапъ можетъ быть выдвигаемъ на наружный воздухъ.

дательной смѣси (поручаемое обыкновенно прислугѣ) почти не вліяетъ на измѣненіе температуры образцовъ.

Порядокъ опыта. Пропитанные водою образцы (см. выше II, А, в) помѣщаются въ холодильный шкафъ съ температурой не выше— $10-15^{\circ}$ С. и продерживаются въ немъ не менѣе 4 час. (при большой насадкѣ въ шкапу — до 8 час.), затѣмъ вынимаются изъ шкапа и оттаиваются (не менѣе 3 час.) въ большой чашкѣ, наполняемой водой комнатной температуры. Затѣмъ слѣдуетъ вторичное замораживаніе образцовъ и вторичное оттаиваніе и т. д.—до 25 разъ. Послѣ каждого замораживанія образцы осматриваются и по окончаніи опытовъ высушиваются и взвѣшиваются; потеря выражается въ вѣсовыхъ процентахъ.

Если послѣ замораживанія образцы достаточно сохранили свою форму, то испытываются на раздробленіе, и полученный результатъ сравнивается съ сопротивленіемъ незамороженныхъ образцовъ. Иногда также опредѣляютъ количество перешедшихъ въ воду (при оттаиваніи образцовъ) растворимыхъ солей (отфильтровавъ отъ твердыхъ частицъ). Всѣ эти частности будутъ указаны при разсмотрѣніи испытаніи отдѣльныхъ родовъ матеріаловъ (см. спец. ч.).

б) Испытаніе матеріаловъ на огнеупорность.

Сюда относится, какъ уже было сказано, опредѣленіе степени плавкости матеріаловъ и сопротивленія ихъ быстрымъ измѣненіямъ (высокихъ) температуръ. Плавкость матеріаловъ главнымъ образомъ зависитъ отъ ихъ химическаго состава, отчасти же — отъ ихъ физическаго строенія и присутствующихъ постороннихъ тѣлъ (золы, шлаковъ, газовъ); сопротивленіе же матеріаловъ быстрымъ измѣненіямъ температуры главнымъ образомъ зависитъ отъ ихъ физическаго строенія (структуры).

Испытаніе на огнеупорность примѣняется преимущественно къ т. н. огнеупорнымъ матеріаламъ (изъ которыхъ наибольшее значеніе имѣютъ глиняные) и будетъ разсмотрѣно въ своемъ мѣстѣ (см. спец. ч.—исп. огнеупор. глинь).

в) Опредѣленіе теплоемкости, теплопроводности и коэффициента расширенія матеріаловъ.

Перечисленныя опредѣленія въ техническихъ лабораторіяхъ производятся сравнительно рѣдко, а потому для нихъ и не выработано еще практически удобныхъ (техническихъ) методовъ. Между тѣмъ, не рѣдки случаи, когда приходится сожалѣть объ этомъ упущеніи, тѣмъ болѣе, что данныя справочныхъ книжекъ неполны и часто не соответствуютъ изслѣдуемому матеріалу.

Теплоемкость или удѣльная теплота выражается въ калоріяхъ и показываетъ, сколько требуется калорій для нагреванія единицы массы тепла (1 грамма, 1 килограмма) на 1° С. Калорія или единица тепла есть то количество тепла, которое потребно для нагреванія 1 грамма (малая калорія) или 1 килограмма (большая калорія) на 1° С. (точнѣе—отъ 0 до 1° С.). Знаніе теплоемкости строительныхъ матеріаловъ требуется при устройствѣ изъ нихъ нагревательныхъ приборовъ, а также при специальныхъ расчетахъ потери тепла отапливаемыми помѣщеніями (зная также теплопроводность матеріала).

Имѣя въ виду, что теплоемкости многихъ каменныхъ матеріаловъ, въ особенности принадлежащихъ къ одному классу (напр. кристаллич. полевошпат. породы, осадочныя плотныя породы, обожженные глиняные матеріалы и проч.), мало различаются между собою,—обыкновенно для практическихъ цѣлей пользуются имѣющимися уже опредѣленіями теплоемкостей (изъ справочныхъ таблицъ) и лишь въ особенно важныхъ (специальныхъ) случаяхъ прибѣгаютъ къ непосредственному опредѣленію теплоемкости изслѣдуемаго матеріала.

Для опредѣленія теплоемкости изслѣдуемый образецъ нагревается (въ особомъ нагревателѣ) до температуры t и опускается въ воду калориметра, имѣющаго температуру t' . Называя черезъ t'' —окончательную температуру калориметра съ опущеннымъ образцомъ, m —вѣсъ изслѣдуемаго образца и m' —вѣсъ воды калориметра (съ прибавкой водного эквивалента прибора—см. ниже), найдемъ для теплоемкости образца выраженіе:
$$C = \frac{m' \cdot t' - t''}{m \cdot t - t''}$$

Нагреватель представляетъ двойной цилиндръ, между

стѣнками котораго циркулируетъ водяной паръ; внутренній цилиндръ сверху и снизу закрывается крышками или пробками; черезъ верхнюю пробку вставляется термометръ и проходитъ нить, на которой подвѣшивается испытуемый образецъ. Нагрѣватель ставится надъ калориметромъ, и когда температура термометра установится, то открываютъ нижнее отверстіе нагрѣвателя и быстро опускаютъ образецъ въ воду калориметра. Калориметръ состоитъ изъ тонкостѣннаго (латуннаго) сосуда, окруженнаго плохими проводниками тепла; въ сосудѣ находится вода и въ нее погружены термометръ и мѣшалка; перемѣшиваніе воды способствуетъ болѣе быстрому и равномерному распредѣленію тепла между частями прибора (и термометромъ).

Водянымъ эквивалентомъ прибора называется то количество (вѣсъ) воды, которое по своей теплоемкости соотвѣтствуетъ частямъ прибора (т. е. требуетъ то же число калорій для нагрѣванія на 1°C). Проще всего этотъ эквивалентъ можетъ быть опредѣленъ, зная вѣса частей прибора (сосуда, мѣшалки) и ихъ теплоемкости (для латуни—0,093). Водяной эквивалентъ термометра можетъ быть опредѣленъ подобнымъ же образомъ (принимая во вниманіе погруженную въ воду часть термометра), такъ какъ на калориметрическихъ термометрахъ обыкновенно надписываются вѣса стекла и заключенной въ него ртути (теплоемкость стекла—0,19 и ртути—0,034). Можно также о теплоемкости погруженной части термометра судить по объему этой части, такъ какъ объемныя теплоемкости стекла ($2,5 \times 0,19 = 0,47$) и ртути ($13,6 \times 0,034 = 0,46$) почти равны. Для болѣе быстрой передачи тепла отъ образца водѣ изслѣдуемый образецъ берется въ видѣ мелкихъ кусковъ, которые подвѣшиваются въ проволоочной (латунной) корзинкѣ; въ этомъ случаѣ водяной эквивалентъ корзинки долженъ быть также принятъ во вниманіе. Называя черезъ m' —вѣсъ воды калориметра, m'' —водяной эквивалентъ прибора (сосуда, мѣшалки и термометра) и m''' —водяной эквивалентъ проволоочной сѣтки, получимъ для теплоемкости изслѣдуемаго образца выраженіе: $C = \frac{1}{m} \left\{ (m' + m'') \frac{t'' - t'}{t - t''} - m''' \right\}$.

Слѣдуетъ также принять во вниманіе обмѣнъ тепла между калориметромъ и окружающею средою. Для этой цѣли производится предварительный опытъ, установивъ температуру воды калориметра ниже окружающею среды, записывая каждую минуту повышеніе этой температуры и беря среднее для одной минуты. Это среднее и принимается во вниманіе при опредѣленіи окончательной температуры калориметра во время опыта съ изслѣдуемымъ образцомъ; причемъ начальная тем-

пература калориметра также устанавливается ниже окружающей среды.

Послѣ опусканія нагрѣтаго образца въ воду калориметра нагрѣватель удаляется (калориметръ прикрывается крышкой), приводится въ движеніе мѣшалка, и температура записывается каждыя 20 секундъ, пока не перестанетъ повышаться.

Примѣръ: Среднее повышение температуры при предварительномъ опытѣ равнялось $0,016^{\circ}$ С. въ 1 минуту на 1° С. разницы между средней температурой калориметра (во время опыта) и окружающей средой. Опытъ съ образцомъ продолжается 3 минуты; при чемъ средняя температура калориметра (во время опыта) была на $1,4^{\circ}$ С. ниже температуры окружающей среды (воздуха). Слѣдовательно, окончательная температура калориметра t'' должна быть уменьшена на $0,016 \times 3 \times 1,4 = 0,07^{\circ}$ С., соответствующихъ передачъ тепла калориметру отъ окружающей среды.

Теплопроводность выражается т. наз. *коэффициентомъ теплопроводности*, показывающимъ количество тепла, проходящее въ единицу времени (1 сек.) черезъ единицу площади (1 кв. метръ) пластинки изъ изслѣдуемаго матеріала, при толщинѣ пластинки, равной единицѣ (1 сант.), и при разности температуръ на обѣихъ поверхностяхъ пластинки, равной 1° С. Это опредѣленіе основывается на законѣ Ньютона, по которому: количество тепла (Q), проходящее черезъ пластинку какого-либо матеріала, пропорціонально разности температуръ ($T - t$) обѣихъ поверхностей пластинки и площади (q) пластинки и обратно пропорціонало толщинѣ (e) пластинки, т. е. $Q = K \frac{(T - t) q}{e}$, гдѣ K есть коэффициентъ теплопроводности, зависящій отъ свойствъ матеріала.

Знаніе теплопроводности матеріаловъ имѣетъ значеніе при возведеніи отопливаемыхъ (жилыхъ) зданій. Нужно замѣтить, что въ этомъ случаѣ крайне рискованно пользоваться прежними опредѣленіями (справочными таблицами), такъ какъ, при разнообразіи строенія (и пористости) каменныхъ матеріаловъ, теплопроводность ихъ бываетъ крайне разнообразна. Тѣмъ не менѣе, по настоящее время мы не имѣемъ простого (техническаго) и въ то же время надежнаго способа опредѣленія теплопроводности строительныхъ матеріаловъ.

Главнѣйшее затрудненіе при опредѣленіи коэффициента теплопроводности состоитъ въ установленіи температуръ ($T-t$) поверхностей пластинки, такъ какъ при помощи термометра опредѣляется температура не самой поверхности, а той среды, которая соприкасается съ поверхностью. Рéclet при опредѣленіи теплопроводности различныхъ тѣлъ поступалъ слѣдующимъ образомъ. Въ сосудъ, окруженный непроводниками тепла, помѣщается вода съ постоянной температурой T ; на этой водѣ плаваетъ цилиндръ, сдѣланный изъ плохого проводника и дномъ которому служитъ пластинка изслѣдуемаго матеріала (толщиною e и площадью q); въ этотъ цилиндръ наливается вода вѣсомъ p съ температурой t (меньшей T). Наблюдая въ извѣстные (малые) промежутки времени температуру воды въ цилиндрѣ, найдемъ, что въ единицу времени эта температура повысится до t_1 ; тогда имѣемъ: $p(t_1 - t) = K_1 \frac{T - \frac{t_1 + t}{2}}{e}$;

откуда и найдемъ коэффициентъ теплопроводности K . Пекле нашелъ, что для хорошихъ проводниковъ тепла (металловъ) этотъ способъ даетъ менѣе точные результаты, чѣмъ для дурныхъ, вѣроятно потому, что время передачи тепла черезъ металлическую пластинку слишкомъ мало сравнительно съ передачей тепла между поверхностями пластинки и водой. Можно думать, что при опредѣленіи теплопроводности такихъ плохихъ проводниковъ, какъ каменные строительные матеріалы, способъ Пекле въ усовершенствованномъ видѣ (при достаточной толщинѣ испытываемой пластинки и перемѣшиваніи воды въ сосудѣ) могъ бы дать удовлетворительные для практики результаты. Впрочемъ, для пористыхъ матеріаловъ способъ Пекле въ описанномъ видѣ непригоденъ, такъ какъ вода будетъ насыщать пластинку. Другія видоизмѣненія способа Пекле (Fourier и др.) можно найти въ подробныхъ курсахъ опытной физики.

Въ послѣднее время для опредѣленія коэффициента теплопроводности предложенъ очень простой аппаратъ *), одинаково пригодный какъ для плотныхъ, такъ и для пористыхъ матеріаловъ. Изъ испытываемаго матеріала готовится круглая пластинка (діаметромъ 8 сант. и толщиною 1 сан.), располагаемая въ горизонтальномъ положеніи. Сверху и снизу плотно прилегаютъ къ ней металлическія (латунныя) пластинки (толщиною $1\frac{1}{2}$ сант.). Въ боковыхъ сторонахъ металлическихъ пластинокъ по радіусу просверлены каналы, въ которые вставляются шарики двухъ чувствительныхъ термометровъ (показывающихъ десятые доли градуса). Верхняя пластинка

*) Ап. проф. Гезехуса и Георгіевскаго.

служить дномъ для латуннаго цилиндрическаго закрытаго сосуда, имѣющаго отводныя трубки въ верхней и нижней части для пропусканія черезъ сосудъ водяныхъ паровъ. Весь приборъ окружается со всѣхъ сторонъ непроводникомъ тепла (пробкой) и подвѣшивается при помощи нитей, прикрѣпленныхъ къ концамъ трехъ длинныхъ радіусовъ, идущихъ отъ нижняго металлическаго кружка. Записывая въ опредѣленные промежутки времени показанія обоихъ термометровъ, можно вычислить коефициентъ теплопроводности матеріала по формулѣ Пекле-Фурье. Но такъ какъ эта формула не даетъ точныхъ результатовъ, то будетъ проще и прямѣе довольствоваться опредѣленіемъ относительной теплопроводности, производя одновременно и при одинаковыхъ условіяхъ опыты съ изслѣдуемымъ матеріаломъ и другимъ, коефициентъ теплопроводности котораго хорошо извѣстенъ. Въ этомъ случаѣ пропускаютъ водяной паръ черезъ приборъ до тѣхъ поръ, пока не установятся окончательно показанія обоихъ термометровъ и записываютъ эти показанія; причемъ отношеніе между коефициентами теплопроводности будетъ, какъ мы знаемъ, обратно пропорціонально отношенію разностей показаній обоихъ термометровъ для изслѣдуемыхъ образцовъ. Нужно, впрочемъ, прибавить, что описанный приборъ еще не провѣренъ на практикѣ техническихъ лабораторій.

Коефициентъ расширенія. Коефициентомъ линейнаго расширенія называется относительное (относительно первоначальной длины) измѣненіе длины испытываемаго образца при возвышеніи его температуры на 1° С. Знаніе коефициента расширенія строительнаго матеріала весьма важно при облицовкѣ имъ горновъ, печей и проч., подвергающихся значительнымъ измѣненіямъ температуры. Въ этихъ случаяхъ примѣняются т. наз. огнеупорные матеріалы (см. спец. ч.—испыт. огнеупор. камней). Для неогнеупорныхъ строительныхъ матеріаловъ опредѣленіе коефициента расширенія можетъ потребоваться при возведеніи изъ этихъ матеріаловъ массивныхъ (или большой длины) непрерывныхъ сооружений (напр. изъ цементнаго бетона), подвергающимся періодическимъ измѣненіямъ температуры. Въ этомъ случаѣ при принятіи соотвѣтствующихъ мѣръ, могутъ появиться въ постройкѣ опасныя трещины и пр.

Называя длину образца черезъ L и увеличеніе этой длины, при возвышеніи температуры на t° С., черезъ l , получимъ

для коэффициента расширенія выраженіе: $L = \frac{1}{Lt}$. Для опредѣленія величины l (обыкновенно весьма малой) можно примѣнить зеркальный методъ. Для этой цѣли одинъ конецъ нагрѣваемаго образца укрѣпляется неподвижно, другой же конецъ упирается въ горизонтальный рычажокъ (нажимаемый на образецъ при помощи пружинки, упирающейся въ другое колѣно рычажка). На оси вращенія рычажка укрѣпляется вертикально зеркало, отражающее горизонтальную шкалу. Въ началѣ опыта зеркало устанавливается параллельно шкалѣ, и на линіи, перпендикулярной къ зеркалу, помѣщается зрительная труба; на этомъ же перпендикулярѣ долженъ находиться ноль шкалы. При расширеніи образца вслѣдствіе нагрѣванія, зеркало будетъ поворачиваться, и мы увидимъ черезъ трубу въ зеркалѣ нѣкоторое дѣленіе шкалы, которое будетъ соотвѣтствовать двойному углу поворота зеркала. Называя черезъ a длину рычажка, въ который упирается образецъ, и черезъ φ уголъ поворота зеркала, найдемъ: $l = a \cdot \sin. \varphi$; называя же разстояніе отъ зеркала до шкалы черезъ A и дѣленіе шкалы, видимое въ трубу, черезъ n , получимъ: $\frac{n}{A} = \operatorname{tg} 2 \varphi$. Для очень малыхъ угловъ поворота зеркала можно принять:

$$\sin. \varphi = \frac{1}{2} \operatorname{tg} 2 \varphi \text{ и слѣдовательно: } l = \frac{n}{2} \cdot \frac{a}{A}.$$

Для опредѣленія коэффициента расширенія матеріаловъ при невысокихъ температурахъ можетъ быть примѣненъ методъ Fizeau. На средину стальной пластинки кладется испытываемый образецъ съ параллельными верхней и нижней гранями. Ближе къ краямъ стальной пластинки ввинчены въ нее три стальныхъ винта. На острія этихъ винтовъ кладется стеклянная пластинка. Обращенная одна къ другой плоскости образца и стеклянной пластинки должны быть параллельны между собою и отполированы. При помощи винтовъ эти плоскости сближаются между собою, но не до соприкосновенія. При нагрѣваніи образца, вслѣдствіе его расширенія, упомянутыя отполированныя плоскости будутъ продолжать сближаться. Если мы въ это время перпендикулярно къ плоскости пластинки направимъ на нее извнѣ лучъ однороднаго свѣта и будемъ смотрѣть на пластинку со стороны этого луча, то

замѣтимъ попеременныя затемнѣнія и освѣщенія пластинки (Ньютоновы кольца). Эти перемены происходятъ отъ интерференціи лучей, отражающихся отъ полированныхъ поверхностей стеклянной пластинки и образца. Такъ какъ интерференція происходитъ отъ запаздыванія луча, отражающагося отъ образца, и для одной перемены (отъ освѣщенія къ затемнѣнію, или обратно) это запаздываніе должно равняться длинѣ волны луча и въ то же время оно равняется двойному разстоянію между полированными поверхностями (путь луча впередъ и назадъ) то, слѣдовательно, для каждой перемены разстояніе между пластинками должно измѣняться на $\frac{1}{2}$ волны.

Такимъ образомъ, для опредѣленія расширенія образца во время возвышенія его температуры на t° , слѣдуетъ сосчитать въ этотъ промежутокъ времени число переменъ (освѣщенія и затемнѣнія) и помножить это число на половину длины волны луча (напр. при натріевомъ свѣтѣ длина волны равняется 0,000589 миллим.). Для опредѣленія дѣйствительнаго расширенія l образца, слѣдуетъ изъ полученнаго результата вычесть удлиненіе стальныхъ винтовъ (въ тѣхъ же предѣлахъ температуры). Послѣднее же удлиненіе проще всего можетъ быть опредѣлено, если повторить опытъ съ образцомъ, коэффициентъ расширенія котораго извѣстенъ (напр. для кварца параллельно оси коеф. расшир. равняется 0,0000074)*). Если поверхность образца нельзя отполировать, то наклеиваютъ на нее полированную пластинку кварца, коэффициентъ расширенія котораго и въ этомъ случаѣ, конечно, долженъ быть принятъ во вниманіе.

По способу Кипо примѣненіе зеркальнаго метода для опредѣленія коэффициента расширенія строительныхъ матеріаловъ (при нагрѣваніи до температуры 500° C) можетъ быть сдѣлано слѣдующимъ образомъ. При помощи газовой шамотной печи (Мермё) нагрѣвается вдѣланная въ нее сквозная огнеупорная трубка (изъ огнеупорной глины). Въ эту трубку вдвигается двойной образецъ: нижнюю часть его составляетъ т. наз. нормальный образецъ (изъ плотной огнеупорной массы,

*) Беря образецъ изъ сплавленнаго кварца, расширеніемъ его можно пренебречь (Лешателье).

на подобіе метлахской), а поверхъ него расположенъ изслѣдуемый образецъ. Съ одного конца образцы соединены неподвижно: приче́мъ выступъ нормального образца входитъ въ зарубку изслѣдуемаго образца. У другого же конца образцы имѣютъ подвижное соединеніе при помощи вертикальной отполированной пластинки изъ сплавленного кварца, входящей въ зарубки обоихъ образцовъ. На пластинку кварца направляется лучъ свѣта, который, послѣ отраженія отъ пластинки, принимается трубою катетометра. Въ началѣ опыта пластинка кварца устанавливается въ вертикальномъ положеніи; по мѣрѣ же нагрѣванія образцовъ, вслѣдствіе неодинаковости ихъ коэффициентовъ расширенія, пластинка кварца будетъ наклоняться, и этотъ уголъ наклона измѣряется катетомеромъ (зная разстояніе шкалы катетометра отъ пластинки кварца и отсчетъ дѣленій шкалы). Зная же разстояніе между крайними зарубками образцовъ (около 10 сант.), высоту кварцовой пластинки и коэффициентъ расширенія нормального образца, можно вычислить коэффициентъ расширенія изслѣдуемаго образца (въ данныхъ предѣлахъ температуръ). Какъ уже было сказано, опредѣленіе по этому способу коэффициента расширенія матеріаловъ возможно лишь до температуры въ 500°C ., такъ какъ при дальнѣйшемъ нагрѣваніи образцовъ кварцевая пластинка начинаетъ свѣтиться, и въ этомъ случаѣ лишь при очень сильномъ источникѣ свѣта (напр. Друмондовомъ) возможно опредѣлить направленіе отраженного луча.

Для опредѣленія коэффициента расширенія строительныхъ матеріаловъ при невысокихъ температурахъ (до 100°C .) извѣстный французскій ученый Лешателье воспользовался вышеописаннымъ методомъ Физё и построилъ аппаратъ, называемый дилатометромъ Лешателье *). Испытываемый образецъ располагается въ вертикальномъ положеніи; приче́мъ верхній его конецъ закрѣпляется въ металлическомъ кольцѣ, поддерживаемомъ тремя стальными винтами, опирающимися на горизонтальную стеклянную пластинку. Нижняя грань образца полируется (или къ ней приклеивается кварцевая или слюдяная пластинка), и при помощи упомянутыхъ винтовъ сближается (не до соприкосновенія) съ отполированной поверхностью стеклянной пластинки. Образецъ (вмѣстѣ съ поддерживающими винтами) окружается металлическимъ цилиндромъ, черезъ который пропускается водяной паръ; для измѣренія температуры черезъ верхнее дно цилиндра вставляется въ него термометръ, а для воспрепятствованія охлажденію цилиндръ окружается сукномъ. Вышеуказанная стеклянная

*) Этотъ аппаратъ, такъ же какъ и вышеописанный аппаратъ Гезе, имѣются въ химической лабораторіи Инст. Инж. Пут. Сооб.

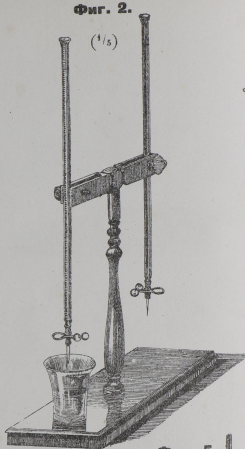
пластинка служить верхнимъ дномъ вертикальной металлической трубки, у нижняго конца которой располагается стеклянная призма. Лучъ свѣта, идущій отъ лампы (съ натріевымъ пламенемъ), поставленной сбоку отъ прибора, направляется призмой вверхъ, претерпѣваетъ двойное отраженіе (съ интерференціей) отъ полированныхъ поверхностей стеклянной пластинки и образца, возвращается къ призмѣ и направляется призмой въ сторону отъ аппарата, гдѣ и принимается простымъ микроскопомъ, при помощи котораго производится счетъ числа перемѣнъ (освѣщеній и затемненій) при нагрѣваніи образца въ извѣстныхъ предѣлахъ температуръ. Опредѣленіе коэффициента расширенія испытываемаго образца по результатамъ наблюденія числа перемѣнъ, а также опредѣленіе величины поправокъ на расширеніе поддерживающихъ образецъ винтовъ и пр.—производится изложенными выше способами.

Таблица 1.

Фиг. 1.



Фиг. 2.



Фиг. 3.



Фиг. 4.



Фиг. 5.

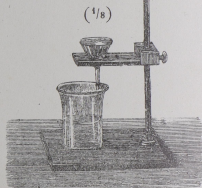
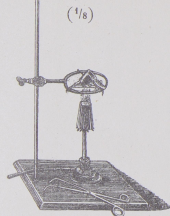


Таблица 2.

Фиг. 6.



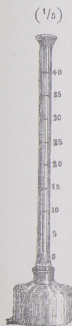
Фиг. 7.



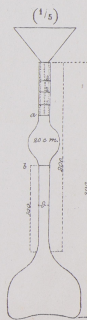
Фиг. 8.



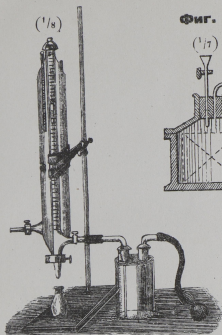
Фиг. 9.



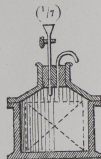
Фиг. 10.



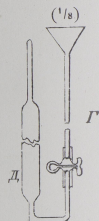
Фиг. 11.



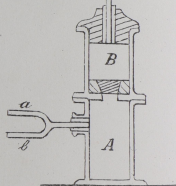
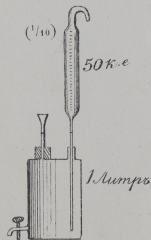
Фиг. 13.



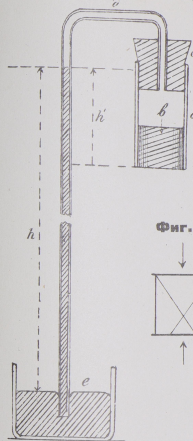
Фиг. 14.



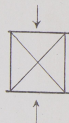
Фиг. 12.



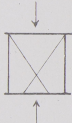
Фиг. 15.



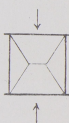
Фиг. 16.



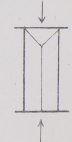
Фиг. 17.



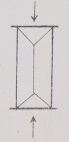
Фиг. 18.



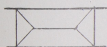
Фиг. 20.



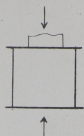
Фиг. 21.



Фиг. 19.



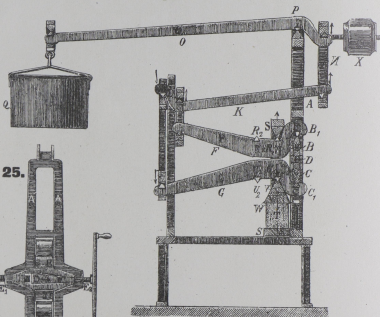
Фиг. 22.



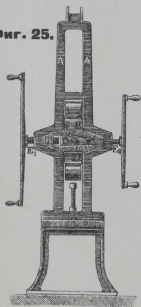
Фиг. 23.



Фиг. 24.



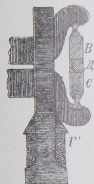
Фиг. 25.



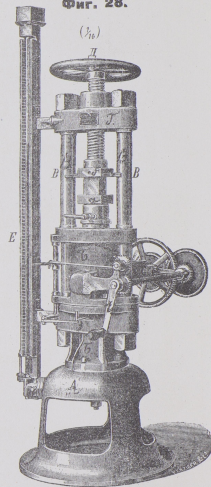
Фиг. 26.



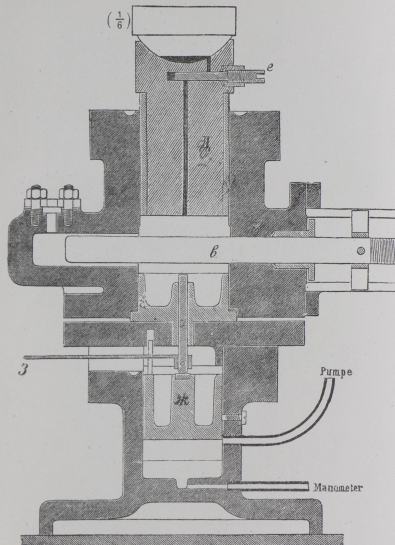
Фиг. 27.



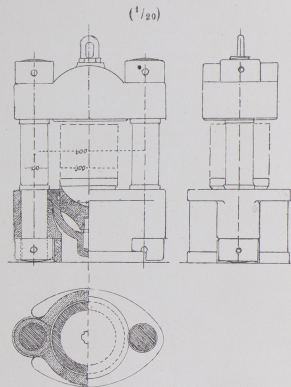
Фиг. 28.



Фиг. 29.



Фиг. 30.



Фиг. 31.

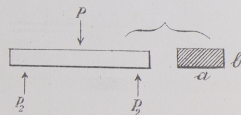


Таблица 9.

Фиг. 32.

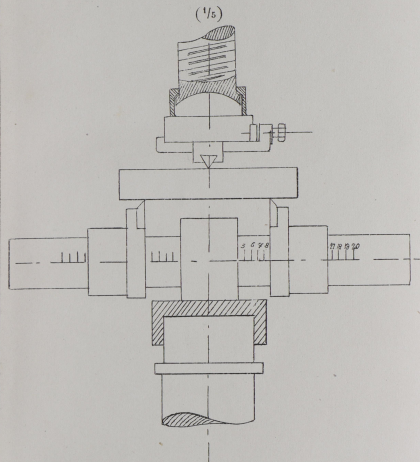
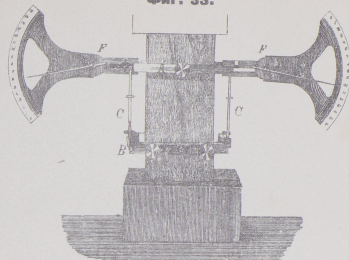
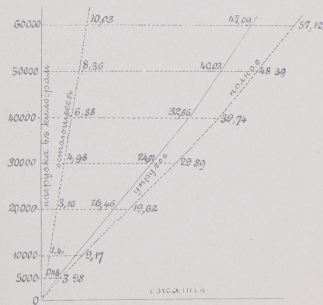


Таблица 10.

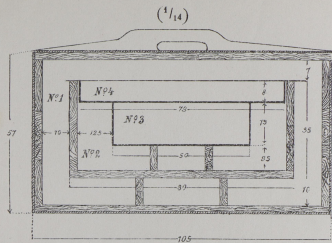
Фиг. 33.



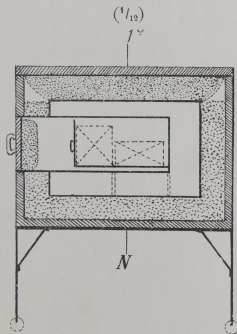
Фиг. 34.



Фиг. 35.



Фиг. 36 по № 2.



Фиг. 37 по № 1.

