

ТЭХНИЧЕСКІЙ АНАЛИЗЪ

СОСТАВИЛЪ

~~профессоръ~~ Императорскаго Университета Св. Владиміра
и
Кіевскаго Коммерческаго Института

И. В. Егоровъ.

ИЗДАНИЕ ВТОРОЕ,

исправленное и дополненное.



КІЕВЪ.

Складъ изданія у книгопродавца В. А. Просяниченко.

1914.

Вивчено по одобренію Совѣта Императорскаго Университета св. Владиміра.

Выпущенъ изъ „Университетскихъ Печатенъ“ за 1913 г.

КІЕВЪ.

Типографія Императорскаго Университета св. Владиміра
Амп. О-ва печати. н изд. дѣла Н. Т. Корчакъ-Новицкаго, Мерицковская, 6.

1913.

Оглавление.

	стр.
Вода	1
Взятію пробы	1
Исслѣдованіе физическихъ свойствъ воды	2
Опредѣленіе взвѣшенныхъ веществъ	2
Запахъ и вкусъ воды	2
Химическое изслѣдованіе воды	3
Качественная проба на азотную кислоту	3
Качественная проба на азотистую кислоту	3
Качественная проба на амміакъ	4
Опредѣленіе твердаго остатка	4
Потеря при прокалываніи	5
Опредѣленіе жесткости	5
Опредѣленію постоянной жесткости	7
Опредѣленіе хлора	8
Опредѣленіе сѣрной кислоты	9
Опредѣленіе органическихъ веществъ	9
Количественное опредѣленіе амміака	12
Количественное опредѣленіе азотной кисл. по Ульшу	12
" " " " по Тимману	13
Колориметрическое опр. азотной кислоты	16
" " азотистой кислоты	16
Нормы для питьевой воды	17
Топливо	20
Опредѣленіе воды	20
Опредѣленіе золы	21
Выходъ кокса	22
Опредѣленіе сѣры	22
Опредѣленію теплотворной способ. по Дюлонгу	24
" " " по Бертье	26
" " " калориметрически	27
Анализъ топочныхъ газовъ	36
Анализъ газовъ по Гемцелю	37
Анализъ сѣвильнаго, генераторнаго и друг. газовъ	41

	стр.
Опредѣленіе числа омыленія	111
Опредѣленіе іоднаго числа	113
Опредѣленіе числа Рейхорта-Мейсера	116
Опредѣленіе числа Гопера	118
Опредѣленіе кислотнаго числа	119
Эфирное число	120
Опредѣленіе спиртовъ	120
Опредѣленіе ацетильнаго числа	121
Качественныя пробы	122
Константы ѣвкот. жировъ	126
Мыло	125
Опредѣленіе количества щелочныхъ металловъ	128
Опредѣленіе количества свободной щелочи	129
Исслѣдованіе остатка, нераствор. въ спиртѣ	130
Опредѣленіе общаго количества жира	131
Опредѣленіе воды	131
Крахмалъ	132
Опредѣленіе воды	134
Испытаніе на кислотность	136
Опредѣленіе загрязненія и подмѣсей	136
Составъ продажнаго крахмала	137
Картофель и друг. матеріалы, служащіе для добытія крахмала	137
Опредѣленіе крахмала	137
Опредѣленіе крахмала по удѣльному вѣсу:	
непрямымъ способомъ	138
прямымъ способомъ	139
Опредѣленіе крахмала химическ. способомъ	141
Объемный способъ опредѣл. глюкозы	143
Вѣсовое опредѣленіе глюкозы	144
Опредѣленіе бѣлковыхъ веществъ	150
Винный спиртъ, водка	152
Дегустация	153
Опредѣленіе крепости	154
Опредѣленіе фурфуурола	154
Опредѣленіе альдегидовъ	155
Сивушныя масла	156
Способъ Рёзе	156
Способъ Кучерова	160
Опредѣленіе общей кислотности	169
Опредѣленіе эфировъ	169
Скорость обезцвѣчиванія хамелеона	169
Испытаніе сѣрной кислотой	170
Нормы для спиртовъ	172
Коньякъ, ромъ, настойки, наливки	173
Опредѣленіе высшихъ спиртовъ	174
Опредѣленіе синильной кислоты	174
Открытіе красящихъ веществъ	176
Открытіе нитробензола	176

	стр.
Открытие алкоа	176
Вино	178
Определение удельнаго вѣса	178
Определение спирта	179
Определение экстракта	180
Определение золы	182
Определение общей кислотности	183
Определение летучихъ кислотъ	183
Определение глицерина	184
Определение сахара	185
Поляризація	186
Проба на гумми и декстрины	188
Определение дубильныхъ веществъ	189
Определение сѣрной кислоты	190
Определение хлора	190
Определение фосфорной кислоты	190
Определение азотной кислоты	191
Определение азота	191
Открытие консервирующихъ веществъ	191
Открытие сахарина	192
Исследование на искусственныя красящія вещества	192
Обеужденіе результатовъ анализа вина	193
Пиво	197
Удельный вѣсъ	198
Содержаніе спирта	198
Содержаніе экстракта	198
Содержаніе экстракта въ первонач. сусль	198
Степень переброженія	198
Определение минеральныхъ веществъ	200
Определение свободныхъ кислотъ	200
Определение летучихъ кислотъ	200
Определение глицерина	200
Определение угольнаго ангидрида	200
Определение мальтозы	201
Определение декстрина	201
Консервирующія вещества	202
Открытие сахарина	208
Уксусъ	205
Определение общей кислотности	205
Проба на присутствіе минеральныхъ кислотъ	205
Проба на тяжелыя металлы	206
Проба на винный камень	206
Проба на щавелевую кислоту	207
Проба на альдегидъ	207
Проба на консервирующія вещества	207
Нормы	207
Сахарная свекловичная	208
Определение количества сока	209

	СТР.
Сахариметрия	210
Сахариметры	212
Опредѣленіе сахара въ свекловичѣ	214
Изслѣдованіе свекловичнаго сока	217
Опредѣленіе общаго количества твердыхъ веществъ въ сокѣ	217
Опредѣленіе сахара въ сокѣ	219
Опредѣленіе коэффициента доброкачественности	220
Опредѣленіе инвертированнаго сахара	220
Сахарный песокъ	221
Опредѣленіе тростниковаго сахара	221
Опредѣленіе щелочности и кислотности	223
Опредѣленіе выхода рафинада (Rendement)	223
Зерновой хлѣбъ	224
Опредѣленіе природы	224
Опредѣленіе абсолютнаго вѣса зерель	228
Опредѣленіе засоренности	228
Вехожестъ зерель	229
Опредѣленіе влажности	230
Опредѣленіе клѣтчатки	230
Опредѣленіе бѣлковъ	231
Опредѣленіе жира	232
Мука	232
Физическое изслѣдованіе муки	232
Опредѣленіе клейковины	234
Опредѣленіе бѣлковыхъ веществъ	235
Опредѣленіе золы	235
Подмѣсъ муки другихъ растений	237
Открытіе куколы	238
Изслѣдованіе муки по способу Раковича	239
Открытіе спорыньи	242

ПРИЛОЖЕНІЯ.

Упругость воднаго пара въ мм. ртуті	247
Таблица Брикка, показывающая, сколько объемовъ воды нужно прибавить къ каждымъ 100 объемамъ крѣпкаго спирта. Температура смѣшиваемыхъ жидкостей должна быть равна $+12\frac{1}{2}^{\circ}\text{R}$	248
Таблица для опредѣленія вѣсовыхъ и объемныхъ процентовъ спирта по удѣльному вѣсу при $15,5^{\circ}\text{C}$	253
Таблица для приготовленія сѣрной кислоты любой концентраціи смѣшеніемъ кислоты уд. в. 1,85 съ водою	260
Сѣрная кислота	261
Удѣльный вѣсъ соляной кислоты	265
Реактивы	266
Атомные вѣса элементовъ	269



Предисловіе къ I изданію.

При составленіи настоящей книги я имѣлъ въ виду дать студентамъ, занимающимся техническимъ анализомъ, такой рядъ примѣровъ, при которомъ они могли-бы ознакомиться съ наиболѣе оригинальными методами технического анализа; вслѣдствіе этого я оставлялъ безъ описанія анализъ такихъ продуктовъ, какъ бѣлильная известь, сода, различныя руды, которые могутъ быть исследованы по общимъ методамъ минеральнаго анализа. Кроме того, стараясь пріучить практикантовъ къ болѣе самостоятельной и сознательной работѣ и желая дать основанія для сужденія о достоинствѣ анализируемаго продукта, я, съ одной стороны, вездѣ, гдѣ считалъ нужнымъ, помѣстилъ подробное описаніе приборовъ, применяемыхъ при анализѣ, и принциповъ, на которыхъ основано то или другое опредѣленіе, и, съ другой стороны, привелъ нормы, принятія для различныхъ продуктовъ въ Россіи и за границей.

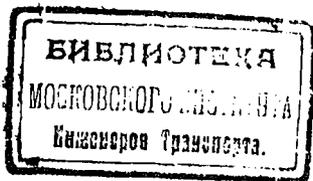
Будучи убѣжденъ, что моя книга не лишена многихъ недостатковъ, я выпускаю ее въ очень ограниченномъ количествѣ экземпляровъ, надѣясь при слѣдующемъ изданіи, если таковое понадобится, исправить тѣ дефекты, которые лучше всего могутъ быть замѣчены на практикѣ.

Предисловіе ко II изданію.

Въ промежутокъ времени съ 1910 до 1913 года первое изданіе настоящей книги применялось въ качествѣ пособія при занятіяхъ по техническому анализу въ Университетѣ Св. Владиміра и въ Киевскомъ Коммерческомъ Институтѣ. Какъ и слѣдовало ожидать, на

практикѣ оказалось, что книга эта страдала большимъ количествомъ недостатковъ, къ исправленію которыхъ при выпускѣ въ свѣтъ настоящаго изданія мною приняты были мѣры, при чемъ нѣкоторыя главы были вновь переработаны, а въ другія были внесены существенныя добавленія.

Я глубоко благодаренъ моимъ товарищамъ, указавшимъ на недосмотры и ошибки, допущенныя мною въ I изданіи. Особенно признателенъ я И. А. Зайцеву, который взялъ на себя трудъ подробно рассмотреть мою книгу и увѣдомить меня обо всѣхъ замѣченныхъ имъ дефектахъ.



Техническій анализъ.

И. В. Егорова.

Вода.

Вода, встрѣчающаяся въ природѣ, никогда не бываетъ химически чистой: приходя въ соприкосновеніе съ атмосферой и почвой она загрязняется различными посторонними веществами, присутствіе которыхъ въ водѣ можетъ сильно вліять на ея качества и даже сдѣлать ее совершенно не годной для употребленія. Требования, предъявляемые къ водѣ, могутъ быть различны въ зависимости отъ того, для чего вода предназначена. Такъ напр., жесткая вода можетъ быть вполне годной для питья и не годной для питанія паровыхъ котловъ, или для крашенія; отсутствіе растворенныхъ въ водѣ газовъ дѣлаетъ ее не вкусной, но не мѣшаетъ употребленію ея для техническихъ цѣлей и т. п.

Въ прежнее время анализъ воды, употребляемой для питья, производился рѣдко, теперь же, въ виду выяснивагося чрезвычайно большого значенія воды для здоровья человека и животныхъ, химическое изслѣдованіе питьевой воды считается почти обязательнымъ.

Наиболѣе важнымъ въ смыслѣ сужденія о годности воды для питья является: 1) опредѣленіе ея внѣшнихъ (физическихъ) свойствъ (прозрачность, цвѣтъ, отсутствіе запаха, температура); 2) содержаніе неорганическихъ и органическихъ веществъ.

Взятіе пробы. Вода, назначенная для изслѣдованія, наливается въ прозрачную стеклянную бутылку, лучше всего—съ пришлифованной пробкой. Бутылка должна быть совершенно чистой и, передъ взятіемъ пробы, ополоснута раза 2—3 водой, подлежащей изслѣдованію. Затѣмъ вода въ нее наливается почти до самой пробки, деревянная (новая) пробка за-

печатывается сургучемъ, а стеклянная обвязывается бумагой, пузыремъ или пергаментомъ. Если вода берется насосомъ или доставляется трубами, то передъ отобраніемъ пробы слѣдуетъ первыя порціи воды спустить и собирать только слѣдующія. Двухъ литровъ воды обыкновенно бываетъ достаточно для наиболѣе важныхъ опредѣленій; для подробнаго анализа нужно цѣлое ведро.

Исслѣдованіе физическихъ свойствъ воды.

Для опредѣленія цвѣта и прозрачности воду наливаютъ въ длинную (20—30 ст.) пробирку или цилиндръ съ тонкимъ дномъ изъ безцвѣтнаго стекла, и смотрятъ сверху. Лучше для сравненія поставить рядомъ другой такой же сосудъ, наполненный дистиллированной водой. Гуминовые вещества придаютъ водѣ желтый или желтобурый цвѣтъ, не исчезающій при стояніи; глина окрашиваетъ въ желтоватый или зеленоватый цвѣтъ; закись желѣза при стояніи обыкновенно выдѣляется въ видѣ красновато-бурого осадка, а углекислая известь—въ видѣ бѣлой мути.

Опредѣленіе взвѣшенныхъ въ водѣ веществъ производится фильтрованіемъ отмѣренного количества воды черезъ высушенный до постояннаго вѣса и взвѣшенный фильтръ. Фильтръ съ оставшимся на немъ осадкомъ высушиваютъ до постояннаго вѣса и взвѣшиваютъ.

Такимъ образомъ опредѣляютъ общее количество взвѣшенныхъ частицъ, какъ органическихъ, такъ и минеральныхъ. Для опредѣленія органическихъ взвѣшенныхъ частицъ высушенный до постояннаго вѣса и взвѣщенный фильтръ съ осадкомъ сжигаютъ, и вновь взвѣшиваютъ. Вытя изъ полученнаго вѣса вѣсъ золы фильтра, найдемъ количество минеральныхъ веществъ, а по разности и количество органическихъ.

Для того, чтобы лучше распознать запахъ воды, ее (100—200 к. с.) нагреваютъ на водной банѣ до 40—50° въ закупоренной пробкой колбѣ при побалтываніи, затѣмъ откупориваютъ и нюхаютъ, —при этихъ условіяхъ запахъ выступаетъ особенно явственно. Если есть подозрѣніе на присутствіе въ водѣ сѣроводорода, то въ этомъ можно убѣдиться по побурѣнію бумажки, смоченной растворомъ уксуснокислаго свинца и уквѣвленной подѣ пробкой колбы, въ которой производится нагреваніе испытуемой воды.

Проба на вкусъ производится съ водой, имѣющей температуру 15—20°.

При отбираниіи пробы воды слѣдуетъ испытать ея реакцію лакмусовыми бумажками, которыя оставляютъ въ испытуемой водѣ минутъ 10. Реакція обыкновенно бываетъ нейтральная, кислая же реакція, исчезающая послѣ кипяченія, указываетъ на присутствіе свободной угольной кислоты, щелочная, исчезающая послѣ кипяченія, обусловлена бываетъ амміакомъ, не исчезающая послѣ кипяченія—углекислыми щелочами.

При отбираниі пробы воды замѣчаютъ ся температуру и температуру наружнаго воздуха, что даетъ представленіе о глубинѣ, съ которой идетъ вода.

Химическое изслѣдованіе воды.

При химическомъ изслѣдованіи употребляется вода—только тщательно профильтрованная.

Вода при стояніи легко можетъ измѣняться; закись желѣза переходитъ въ окись, растворенные кислородъ и углекислота выдѣляются, азотная, азотистая кислоты и амміакъ переходятъ другъ въ друга подъ вліяніемъ ферментовъ. Это обстоятельство заставляетъ производить нѣкоторые опредѣленія по возможности въ тотъ же день, какъ взята вода. Особенно важно качественно испытать воду на присутствіе въ ней азотной, азотистой кислоты и амміака.

Для качественной пробы на азотную кислоту чаще всего пользуются бруциномъ и дифениламиномъ. Пробу производить такъ: палочкой берутъ каплю испытуемой воды, прибавляютъ 2 капли насыщеннаго раствора бруцина, и по смѣшеніи прибавляютъ 5—10 капель крѣпкой сѣрной кислоты. Если вода содержитъ много (0,2—0,4 гр. на 1000) азотной кислоты, то получается красное или розовое окрашиваніе, довольно скоро переходящее въ желтое. Если же окраска не появляется, то, значитъ, или азотная кислота отсутствуетъ, или ея очень мало. Въ такомъ случаѣ повторяютъ пробу съ твердымъ остаткомъ, получающимся при выпариваніи воды досуха.

Проба съ дифениламиномъ производится такъ: къ 1 к. с. испытуемой воды прибавляютъ въ бѣлой чашкѣ нѣсколько зернышекъ дифениламина и 1 к. с. чистой крѣпкой сѣрной кислоты. Если вода содержитъ не менѣе

$\frac{1}{100000}$ ч. N_2O_5 , то получается тотчасъ синее окрашиваніе.

Качественную пробу на азотистую кислоту производятъ посредствомъ смѣси раствора іодистаго цинка съ крахмальнымъ клейстеромъ. Вода, содержащая азотистую кислоту, по прибавленіи нѣсколькихъ капель этого реактива и небольшого количества разбавленной сѣрной кислоты даетъ синее окрашиваніе. Такъ какъ синее окрашиваніе можетъ появиться отъ окисленія іодистаго водорода воздухомъ при содѣйствіи свѣта, то при произведеніи пробы должно защищать пробирку отъ прямого солнечнаго свѣта и дожидаться окрашиванія не долѣе 15 минутъ; если въ это время жидкость не посинѣла, то азотистой кислоты нѣтъ. Погрѣшности могутъ произойти здѣсь въ случаѣ нахождения большого количества солей окиси желѣза, которыя также выдѣляютъ іодъ изъ іодистаго водорода. Въ этихъ

случаяхъ приходится для пробы на азотистую кислоту пользоваться метафенилендіамномъ. Поступаютъ такъ: въ 20 к. с. воды внести нѣсколько кристалловъ хлористоводородной соли метафенилендіамина (которые не должны имѣть красноватаго цвѣта) и прибавляютъ 6—7 куб. с. крѣпкой сѣрной кислоты. Въ присутствіи азотистой кислоты появляется желтое или желтобурое окрашиваніе.

Во всѣхъ случаяхъ при пробѣ на HNO_2 и HNO_3 прибавляемая сѣрная кислота не должна содержать ни малѣйшихъ слѣдовъ ни азотной, ни азотистой кислотъ, въ чемъ убѣждаются пробой съ тѣми же реактивами. Если въ сѣрной кислотѣ окажутся кислоты азота, то для ихъ разрушенія сѣрную кислоту слѣдуетъ нагрѣть съ сѣрнокислымъ аммоніемъ.

Амміакъ открываютъ посредствомъ реактива Песслера. Для пробы берутъ 100—150 к. с. испытуемой воды, прибавляютъ $\frac{1}{2}$ к. с. раствора чистаго ѣдкаго натра (или KOH), даютъ собраться на дно осадку, прозрачную жидкость сливаютъ осторожно съ осадка, и прибавляютъ къ ней 10—15 капель реактива. Если жидкость содержитъ амміакъ, то появляется желтое окрашиваніе, или оранжевый осадокъ. Прибавленіе щелочи передъ прилитіемъ реактива имѣетъ цѣлью удалить окись желѣза и магнезію, которыя дали бы съ реактивомъ Песслера буроватый осадокъ и при отсутствіи амміака.

Опредѣленіе твердаго остатка производится выпариваніемъ на водяной банѣ 200—250 к. с. воды во взвѣшенной платиновой чашечкѣ. Чтобы воспрепятствовать попаданію въ чашку пыли, надъ чашкой на штативѣ помѣщается большая воронка, обращенная широкимъ отверстіемъ книзу. После того какъ вся вода выпарена, чашку снимаютъ съ водяной бани, тщательно вытираютъ наружную поверхность, и остатокъ высушиваютъ въ воздушной банѣ. Относительно температуры, при которой слѣдуетъ производить сушку, существуетъ разногласіе. Если сушеніе производится при 100° , то въ твердый остатокъ войдетъ нѣкоторое количество гигроскопической воды, ибо нѣкоторыя соли, какъ напр., гипсъ, не отдають при этой температурѣ воду; если же температуру повысятъ до $140—180^\circ$, то часть органическихъ веществъ можетъ разложиться и улетѣть.

По постановленію Schweiz. Verein analytischer Chemiker высушиваніе твердаго остатка производится при $103—105^\circ$.

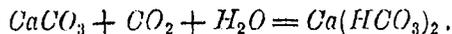
Слѣдуетъ обращать вниманіе на цвѣтъ твердаго остатка. Чистая вода, содержащая мало органическихъ веществъ даетъ сѣроватобѣлый остатокъ; въ случаѣ присутствія органическихъ веществъ появляется желтоватый отбѣнокъ, въ присутствіи же желѣза буровато-желтый.

Потеря при прокаливаниі. Остатокъ отъ выпариванія прокаливаютъ на голомъ огнѣ при темно-красномъ каленіи. При этомъ органическія вещества сгораютъ, азотно и азотистокислыя соли въ присутствіи органическихъ веществъ переходятъ въ углекислыя, амміачныя разлагаются и улетаютъ; отчасти разлагаются и хлористые металлы съ образованіемъ основныхъ солей, а углекислыя соли переходятъ въ окиси. Для избѣжанія этихъ потерь къ водѣ прибавляютъ точно опредѣленное количество чистой соды, отчего хлористые магній и кальцій переходятъ въ углекислыя, а хлоръ переходитъ къ натрію и не теряется. Послѣ же прокаливанія остатокъ смачиваютъ растворомъ углекислаго аммонія для переведенія оксидовъ въ углекислыя соли и вновь очень слабо прокаливаютъ, вода горѣлку взадъ и впередъ подъ чашкой. Затѣмъ чашку съ остаткомъ охлаждаютъ въ эксикаторѣ и взвѣшиваютъ. Въсѣ прибавленной соды вычитается изъ найденной потери при прокаливаниі.

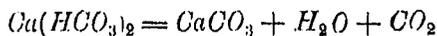
Во время прокаливанія слѣдуетъ обращать вниманіе на измѣненіе цвѣта. Если бѣлый цвѣтъ солей не измѣняется, то это указываетъ на отсутствіе органическихъ веществъ; если же бѣлый цвѣтъ переходитъ сначала въ бурый, а потомъ опять въ бѣлый, то это служитъ вѣрнымъ признакомъ присутствія органическихъ веществъ.

Кромѣ измѣненія цвѣта слѣдуетъ обращать вниманіе и на разпывающіися при прокаливаниі запахи. Если въ твердомъ остаткѣ находятся органическія вещества главнымъ образомъ растительнаго происхожденія, то слышится слабый не характерный запахъ, если же они животнаго происхожденія, то замѣтень запахъ жженого рога.

Опредѣленіе жесткости. Жесткость обуславливается присутствіемъ солей кальція и магнія, которые могутъ быть соединены съ сѣрной, азотной и угольной кислотой. Соли первыхъ двухъ кислотъ растворимы сами по себѣ, а соли угольной кислоты переходятъ въ растворъ только въ присутствіи избытка угольнаго ангидрида вслѣдствіе образованія кислыхъ солей по уравненію



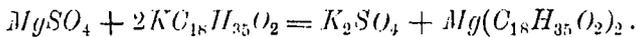
Такъ какъ эти кислыя соли не прочны и при нагреваніи легко теряютъ угольный ангидридъ, то при кипяченіи воды, содержащей двууглекислыя соли, происходитъ выдѣленіе нерастворимыхъ среднихъ солей



вслѣдствіе этого вода, въ которой были онѣ въ растворѣ, становится послѣ кипяченія менѣе жесткой. Такимъ образомъ различаютъ 1) общую жесткость воды, производимую всѣми солями кальція и магнія, 2) посто-

ленную, зависящую только от присутствія азотнокислыхъ и сѣрнокислыхъ солей, и 3) временную, обуславливаемую двууглекислымъ кальциемъ и магниемъ.

Опредѣленіе жесткости по способу Кларка производится титрованіемъ воды при помощи спиртового мыльнаго раствора, который приливается до образованія пѣны, не исчезающей въ теченіе 5 минутъ послѣ взбалтыванія. Способъ основанъ на томъ, что щелочное мыло съ солями кальція и магнія вступаютъ въ обменное разложеніе и образуетъ нерастворимыя известковыя и магниевыя мыла, которыя не даютъ пѣны при взбалтываніи. Реакція въ этомъ случаѣ идетъ такъ



Жесткость выражается въ французскихъ или нѣмецкихъ градусахъ; французскій градусъ отвѣчаетъ содержанію въ 100 литрахъ воды 1 гр. $CaCO_3$, нѣмецкій—1 гр. CaO въ 100 л. воды ¹⁾.

Для опредѣленія жесткости воды пользуются титрованнымъ растворомъ мыла, 45 к. с. котораго отвѣчаютъ точно 12° (нѣмецк.) жесткости. Для приготовленія мыльнаго раствора берутъ около 20 гр. марсельскаго мыла, настроганнаго мелкими стружками, и при нагреваніи растворяютъ его въ 1 литрѣ 56% спирта. Полученный мутный растворъ фильтруютъ и опредѣляютъ его титръ по азотно-кислomu барію (0,559 гр. $Ba(NO_3)_2$ на 1 литръ; 100 к. с. этого раствора соответствуютъ 12° нѣмецк.). Установка титра мыльнаго раствора производится такимъ образомъ. Въ цилиндръ съ притертой пробкой, емкостью около 250 к. с., помещаютъ 100 к. с. раствора азотнокислаго барія и затѣмъ изъ бюретки понемногу прибавляютъ растворъ мыла (сначала по 4—5 к. с., а потомъ меньше). Послѣ cadaго подливанія мыла цилиндръ сильно встряхиваютъ 6—8 разъ, и кладутъ на бокъ. Затѣмъ наблюдаютъ, какъ скоро исчезаетъ пѣна. Прибавленіе мыльнаго раствора продолжаютъ до тѣхъ поръ, пока мелкая пѣна остается въ теченіе 5 минутъ.

Такъ какъ мыльный растворъ, приготовленный вышеуказаннымъ образомъ, значительно крупнее того, который употребляется при опредѣленіи жесткости воды, то его разбавляютъ 56% спиртомъ до тѣхъ поръ,

¹⁾ Рѣже жидкость выражаютъ въ англійскихъ градусахъ. Англійскій градусъ жесткости отвѣчаетъ содержанію 1 грана $CaCO_3$ въ 1 галлонѣ воды (0,648 гр въ 4,543 литрахъ). Слѣдующая таблица можетъ служить для сравненія разныхъ градусовъ жесткости:

1° англ. отвѣч. содерж.	0,0143 $CaCO_3$	въ литрѣ=0,8°	нѣм.=1,44°	фр.=1°,00 англ.
1° нѣм. " "	0,0170 $CaCO_3$	" " =1,0°	нѣм.=1,79°	фр.=1,25° англ.
1° франц. " "	0,0100 $CaCO_3$	" " =0,56	нѣм.=1,00°	фр.=0,70° англ.

пока на 100 к. с. раствора азотнокислого бария не станет идти ровно 45 к. с. раствора мыла. Таким раствором производят титрование исследуемой воды.

Если жесткость воды слишком велика, т.-е. больше 12° пфм., то ее слѣдуетъ разбавить дистиллированной водой на половину или даже больше, однимъ словомъ, такъ, чтобы на 100 к. с. еешло бы не больше 45 к. с. мыла.

Результаты исследования вычисляются по слѣд. таблицѣ.

Куб. с.	Градусы.	Куб. с.	Градусы.	Куб. с.	Градусы.
1	0,7	18	4,3	32	8,1
5	0,9	19	4,5	33	8,4
6	1,2	20	4,8	34	8,7
7	1,4	21	5,1	35	9,0
8	1,7	22	5,3	36	9,3
9	1,9	23	5,6	37	9,6
10	2,2	24	5,9	38	9,9
11	2,4	25	6,2	39	10,2
12	2,7	26	6,5	40	10,5
13	3,0	27	6,7	41	10,8
14	3,2	28	7,0	42	11,1
15	3,5	29	7,3	43	11,4
16	3,8	30	7,6	44	11,7
17	4,0	31	7,8	45	12,0

Такимъ образомъ находятъ общую жесткость.

Для опредѣленія постоянной жесткости берутъ 300—500 к. с. воды и кипятятъ ее въ теченіе 1/2 часа въ большой колбѣ, постоянно замѣняя испаряющуюся воду дистиллированной водой для того, чтобы не выпала гипсъ; затѣмъ по охлажденіи добавляютъ дистиллированной водой до прежняго объема, отфильтровываютъ черезъ сухой фильтр и титруютъ мыльнымъ растворомъ.

Результаты титрованія вычисляются, какъ указано выше.

При большомъ количествѣ магnezіальныхъ солей жесткость воды, опредѣленная титрованіемъ при помощи мыльнаго раствора, часто бываетъ

менше действительной. Это зависит от того, что магниевыя соли жирных кислот плавают на поверхности и придают последней вид пены. Так как эти магниевыя соли растворимы в большомъ количествѣ воды, то вѣрные результаты в такомъ случаѣ можно получить, разбавивъ предварительно воду раза в 2—3.

Вообще слѣдуетъ сказать, что опредѣленіе жесткости титрованіемъ представляетъ выгоду только в случаѣ цѣлаго ряда опредѣленій; когда же предстоитъ сдѣлать одно—два опредѣленія, то лучше опредѣлить кальцій и магній обычнымъ вѣсовымъ способомъ. Для этого выпариваютъ до небольшого объема 500—1000 к. с. воды, подкисляютъ HCl и при кипяченіи прибавляютъ амміака. Если образуется осадокъ гидрата окиси желѣза и алюминія, то его отфильтровываютъ, а затѣмъ осаждаютъ кальцій щавелевокислымъ аммоніемъ, а в фильтратѣ отъ него опредѣляютъ магній в видѣ фосфорнокислой амміак-магнезій.

Для вычисленія градусовъ жесткости по найденному вѣсовымъ путемъ количеству CaO и MgO , помножаютъ количество MgO на 1,4, т.-е. замѣняютъ магнезію эквивалентнымъ количествомъ извести. Полученное произведеніе прибавляютъ къ найденному количеству окиси кальція и затѣмъ сумму перечисляютъ на градусы.

Вѣсовой способъ опредѣленія жесткости воды имѣетъ то преимущество передъ способомъ Кларка, что тутъ мы узнаемъ отдѣльно содержаніе извести и магнезій, между тѣмъ, какъ при титрованіи мыльнымъ растворомъ мы не имѣемъ возможности опредѣлить отдѣльно количества различныхъ солей; опредѣляя же сумму, мы высчитываемъ совершенно условно или только на CaO , или на $CaCO_3$, какъ будто бы магниевыя соли совсѣмъ не было.

Опредѣленіе хлора можетъ быть произведено или вѣсовымъ, или объемнымъ способомъ.

Въ первомъ случаѣ 500—1000 куб. с. воды в фарфоровой чашкѣ выпариваютъ до небольшого объема (относительно до суха) в помѣщеніи, свободномъ отъ паровъ соляной кислоты. Отфильтровываютъ отъ выдѣлившихся углекислыхъ солей чрезъ маленький фильтръ, чашку и фильтръ промываютъ малыми количествами кипящей воды и осаждаютъ хлоръ азотнокислымъ серебромъ, подкисливъ азотной кислотой.

Опредѣленіе хлора титрованіемъ производится растворомъ азотнокислаго серебра в присутствіи нейтральнаго хромокислаго калия.

Если вода при прибавленіи $AgNO_3$ даетъ явный хлопчатый осадокъ, то ее можно прямо титровать безъ предварительнаго сгущенія. Для опредѣленія хлора в такой водѣ достаточно взять 100 к. с. Если же при качественной пробѣ получается только муть, то воды, берутъ 500 к. с., выпариваютъ до небольшого объема и затѣмъ титруютъ. Особенное вни-

маніе при объемномъ опредѣленіи хлора слѣдуетъ обращать на то, чтобы титруемая жидкость была нейтральна. Нѣкоторая щелочность не такъ вредитъ, какъ даже слабая кислотность.

Такъ какъ нѣкоторыя органическія вещества осаждаютъ серебро, то, въ случаѣ присутствія ихъ въ водѣ, лучше всего ихъ удалить прокаливаніемъ, т.-е. опредѣлять хлоръ въ твердомъ остаткѣ. Для разрушенія органическихъ веществъ можно также пользоваться хамелеономъ. Для этого къ водѣ, нагрѣтой до 100°, прибавляютъ хамелеонъ до тѣхъ поръ, пока не будетъ оставаться розовое окрашиваніе; для уничтоженія избытка хамелеона прибавляютъ одну-двѣ капли спирта. Затѣмъ, отфильтровавъ выдѣлившуюся MnO_2 , фильтратъ титруютъ, предварительно нейтрализовавъ его.

Сѣрная кислота опредѣляется обыкновеннымъ способомъ, т.-е. осажденіемъ при помощи $BaCl_2$. При маломъ ея содержаніи берутъ 1000—2000 к. с. воды и выпариваютъ до небольшого объема. Осажденіе производится изъ кислаго (подкисл. HCl) раствора, нагрѣтаго до кипѣнія.

Опредѣленіе органическихъ веществъ (окисляемость). Въ чистой природной водѣ обыкновенно находится лишь ничтожное количество органическихъ веществъ, которыя могутъ быть весьма различны по своимъ свойствамъ. Одни изъ нихъ очень легко летучи и улетаютъ при кипяченіи воды, другія нелетучи; одни легко окисляются, другія, какъ напр., предѣльные углеводороды, нефть, окисляются въ высшей степени трудно.

Органическія вещества воды по происхожденію своему также неодинаковы: они могутъ являться остатками веществъ растительнаго происхожденія и животнаго. Первые отличаются сравнительно малымъ содержаніемъ азота, а вторые являются сравнительно болѣе богатыми въ этомъ отношеніи. Въ то время, какъ первые съ гигиенической точки зрѣнія почти индифферентны, присутствіе вторыхъ дѣлаетъ воду въ большинствѣ случаевъ погодной для внутренняго употребленія.

Какихъ-либо способовъ, которые давали бы точное указаніе на происхожденіе органическихъ веществъ воды, мы въ настоящее время не имѣемъ; только способъ опредѣленія альбуминоиднаго азота даетъ слабое на это указаніе ¹⁾.

Для опредѣленія количества органическихъ веществъ въ водѣ употребляются 3 способа: по потерѣ въ вѣсѣ сухого остатка при прокаливаніи (см. выше), по возстановленію минеральнаго хамелеона и по элементарному анализу. Всѣ три способа не даютъ вполне точныхъ цифръ, и степень ихъ точности различна. Выше упоминалось, что потеря въ вѣсѣ

¹⁾ Chomisch-Technische Untersuchungsmethoden Lunge I. 805.

при прокаливании сухого остатка происходит не только от сгорания органических веществ, но и от других причин. Хамелеон же, съ другой стороны, окисляет не только одни органические вещества, но и азотистокислые соли, закись железа, соляную кислоту; съ другой стороны, некоторыя вещества имъ окисляются очень несовершенно, напр., мочевины, сахаръ и др. Что же касается третьяго способа элементарнаго анализа остатка, получаемаго при выпаривании воды, то и этотъ способъ, хотя онъ и наиболѣе точенъ, не даетъ вполне вѣрныхъ чиселъ, ибо часть органическихъ веществъ улетаетъ уже при выпаривании.

Изъ этихъ 3-хъ способовъ наиболѣе употребителенъ способъ окисленія хамелеономъ.

Окисленіе органическихъ веществъ хамелеономъ можетъ производиться или въ кислой средѣ (способъ Кубеля), или въ щелочной (способъ Шульце). Какой изъ этихъ способовъ точнѣе, мнѣнія расходятся. Способъ Кубеля проще и даетъ болѣе согласные результаты, но при водѣ, содержащей много хлористыхъ металловъ, влѣдствіе выдѣленія хлора, результаты получаются слишкомъ высокіе. Окисленіе по способу Шульце полнѣе.

Растворы, употребляемые при этомъ слѣдующіе:

1) Растворъ хамелеона $\frac{1}{100}$ нормальнаго: 0,32—0,34 гр. $KMnO_4$ растворяются въ 1 литръ воды, и титръ точно устанавливается по щавелевой кислотѣ (слѣдующій растворъ) въ тѣхъ же условіяхъ, при которыхъ будетъ производиться опредѣленіе.

2) Растворъ щавелевой кислоты $\frac{1}{100}$ норм. = 0,63 $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ въ литръ.

3) Разбавленная сѣрная кислота. Къ 300 к. с. воды прибавляютъ 100 к. с. чистой крупнкой сѣрной кислоты, и къ горячей еще жидкости по каплямъ раствора хамелеона до тѣхъ поръ, пока не появится неслучайное розовое окрашиваніе.

Опредѣленіе органическихъ веществъ по Шульце ведется такъ: 100 к. с. изслѣдуемой воды помѣщаютъ въ Эрленмейеровскую колбу, емкостью въ 300 к. с., и, прибавивъ 10 к. с. раствора хамелеона (№ 1), $\frac{1}{2}$ куб. с. раствора ѣдкаго натра (1 ч. чистѣйшаго $NaOH$ въ 2 ч. воды), нагреваютъ на большомъ пламени до кипѣнія. Когда жидкость закипитъ, пламя регулируютъ такъ, чтобы жидкость ровно, спокойно кипѣла. Кипѣніе поддерживаютъ въ теченіи 10 минутъ. Затѣмъ, снявъ колбу съ огня, охлаждаютъ до 50—60°, прибавляютъ 5 к. с. сѣрной кислоты (№ 3), и тотчасъ 10 к. с. щавелевой кислоты (растворъ № 2). Черезъ нѣсколько минутъ, когда жидкость вполне обезцвѣтится, избытокъ щавелевой кислоты титруютъ обратно хамелеономъ. Если изслѣдуемая вода (100 к. с.) обезцвѣчивается

больше 5 к. с. раствора хамелеона, то для получения болѣе точныхъ цифръ слѣдуетъ соотвѣтственнымъ образомъ ее разбавить.

По Кубелю окисленіе органическихъ веществъ производится такъ: къ 100 куб. с. воды прибавляютъ 10 куб. с. хамелеона, 5 куб. с. сѣрной кислоты, нагреваютъ до кипѣнія и кипятятъ точно 5 минутъ. Если жидкость обезцвѣтилась, то прибавляютъ еще хамелеона, и опять кипятятъ 5 минутъ и т. д. пока жидкость не пріобрѣтетъ исчезающую окраску, что указываетъ на избытокъ хамелеона. Тогда для его уничтоженія прибавляютъ изъ бюретки 40 к. с. раствора щавелевой кислоты (№ 2), при чемъ растворъ обезцвѣчивается вслѣдствіе избытка щавелевой кислоты. Тогда ея избытокъ обратно титруютъ хамелеономъ до розоваго цвѣта. Если во время титрованія выдѣлится бурый осадокъ перекиси марганца, то это указываетъ на недостаточное количество сѣрной кислоты.

По условному расчету, введенному Кубелемъ, принимаютъ, что 1 ч. $KMnO_4$ соотвѣтствуетъ 5 ч. органическаго вещества. Иногда же для характеристики воды указываютъ или количество граммовъ $KMnO_4$, или количество кислорода, потребное для окисленія органическихъ веществъ 1000 или 100000 ч. воды. По расчету 1 литръ $\frac{1}{100}$ нормальнаго хамелеона содержитъ 0,316 гр. $KMnO_4$, что соотвѣтствуетъ 0,08 гр. дѣятельнаго (способнаго окислять) кислорода.

Опредѣленіе амміака въ водѣ чаще всего производится колориметрическимъ способомъ,—по окрашиванію при помощи реактива Несслера. Определеніе ведется такъ: берутъ 2 цилиндра со стеклянными пробками, вмѣстимостью около 120 к. с. Въ одинъ цилиндръ наливаютъ изслѣдуемой воды 100 к. с., а въ другой такое же количество дистиллированной. Затѣмъ въ тотъ и другой цилиндръ прибавляютъ по 2—3 к. с. сегнетовой соли¹⁾ и столько же—по каплямъ, Несслерова реактива. Если въ изслѣдуемой водѣ находится амміакъ, то появляется желтое окрашиваніе. Тогда изъ бюретки по каплямъ прибавляютъ, при постоянномъ помалываніи, къ дистиллированной водѣ растворъ хлористаго аммонія (0,315 гр. NH_4Cl на 1000 к. с.) до тѣхъ поръ, пока окраска въ обонхъ цилиндрахъ не сдѣлается вполне одинаковой.

Для опредѣленія амміака удобно употреблять воду, изъ которой навозъ и магнезія уже удалены. Для этого къ 300 куб. с. воды въ узкомъ съ притертою пробкою цилиндрѣ прибавляютъ 2 куб. с. раствора соды (1:3) и 1 куб. с. ѣдкаго натра (1:2), а въ случаѣ присутствія сѣр-

¹⁾ Растворъ сегнетовой соли готовится такъ: 50 гр. сегнетовой соли растворяютъ въ 100 к. с. воды и прибавляютъ къ профильтрованному раствору для защиты его отъ плѣсени 5 к. с. Несслерова реактива. Растворъ слѣдуетъ сохранять въ темнотѣ.

листаго водорода—еще нѣсколько капель уксуепокислаго цинка, тщательно взбалтываютъ, даютъ хорошо отстояться въ теченіе полусутки, и для опредѣленія берутъ уже виолнѣ свѣтлую воду.



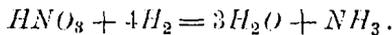
Рис. 1.

Для того, чтобы избѣжать подгонки цвѣта дистиллированной воды къ цвѣту изслѣдуемой, предложень приборчикъ, рис. 1, состоящій изъ вращающейся многоугольной призмы, грани которой покрашены въ различныя цвѣта, отвѣчающіе различному содержанию амміака въ водѣ. Для опредѣленія амміака къ 100 к. с. воды, къ которой прибавлено 2—3 к. с. раствора сегнетовой соли, или 2 к. с. раствора Na_2CO_3 и 1 к. с. раствора $NaOH$ (см. выше), приливаютъ 1 к. с. реактива Несслера и смотрятъ,

къ цвѣту какой грани призмы колориметра наиболѣе подходитъ цвѣтъ изслѣдуемой воды, палитой въ цилиндръ А.

Опредѣленіе азотной кислоты въ водѣ можетъ быть произведено по способу Тиммана, или по Ульшу, или колориметрически при помощи бруцина. Для первыхъ двухъ способовъ нужно выпарить въ фарфоровой чашкѣ на големъ огнѣ до небольшого объема (около 50 к. с., но не до суха) 500 или, лучше, 1000 к. с. воды.

Способъ Ульша основанъ на способности водорода въ моментъ выдѣленія переводить азотную кислоту въ амміакъ по уравненію



Опредѣленіе по Ульшу выполняется слѣд. образомъ:

Въ колбочку емкостью 250--300 куб. с. помѣщаютъ сгущенную воду и 5 гр. порозиковатаго желѣза (Ferrum hydrogenio reductum) совершенно чистаго, не содержащаго никакихъ азотистыхъ веществъ. Затѣмъ приливаютъ въ колбу 10 к. с. чистой сврной кислоты уд. в. = 1.35 (45% или почти 1 объемъ безводной кислоты + 2 объема воды) и начинаютъ нагревать такъ, чтобы жидкость чрезъ 5 минутъ пришла въ кипѣніе. Такъ какъ при бурномъ выдѣленіи водорода изъ колбочки неминуемо будутъ уноситься брызги жидкости, то, для удержанія ихъ, въ горло колбочки тотчасъ же по приливаніи кислоты вставляется посредствомъ пробки какой-либо каплеуловитель, напр., изображенный на рис. 2.



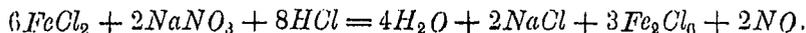
Рис. 2.

Какъ только началось выдѣленіе газа, въ каплеуловитель чрезъ верхнее отверстіе вливаютъ 25—30 куб. сант. воды. Приборъ этотъ имѣеть такой размѣръ, чтобы это количество воды не занимало болѣе $\frac{2}{3}$ объема всего сосуда, и чтобы слой ея былъ около 8 сантиметровъ.

Когда жидкость въ колбѣ закипитъ (что узнается по особому шуму, производимому сгущающимися въ каплеуловителѣ пузырьками пара), отнимаютъ горѣлку, и вода изъ верхняго сосуда переливается въ колбу. Вновь начинаютъ нагрѣвать, и вновь вливаютъ воды въ каплеуловитель до прежняго уровня; наконецъ, доводятъ жидкость до кипѣнія, кипятятъ 3 минуты. По окончаніи кипяченія даютъ водѣ вылиться въ колбу, еще разъ ополаскиваютъ насаженный вверху сосудъ водою (ок. 25 к. с.), пересыщаютъ кислоту ѣдкимъ натромъ (20 куб. сант. раствора ѣдкаго натра уд. вѣса $= 1.35 = 32\% NaOH$, почти 1 ч. сплавленнаго $NaOH + 2$ вѣс. ч. воды), не содержащимъ амміачныхъ и азотнокислыхъ солей. Тотчасъ по прибавленіи ѣдкаго натра колбу соединяютъ съ холодильникомъ, и отгоняютъ амміакъ въ опредѣленный объемъ $\frac{1}{10}$ норм. сѣрной кислоты. По количеству насыщеннаго амміакомъ кислоты узнаютъ количество образовавшагося изъ азотной кислоты амміака; умножая количество амміака на 3,1765, или количество азота на 3,857, узнаютъ количество азотнаго алгирида во взятой части раствора.

При опредѣленіи азотной кислоты по этому способу въ смѣси должны отсутствовать амміачныя соли и азотистыя органическія вещества, или заключающійся въ нихъ азотъ долженъ быть опредѣленъ отдѣльно.

Весьма нерѣдко производятъ опредѣленіе азотной кислоты переводомъ ея въ окись азота (NO). Способовъ нѣсколько, они не менѣе точны, какъ и переводомъ въ амміакъ, но всѣ они и болѣе сложны, и болѣе хлопотливы, особенно въ неопытныхъ рукахъ. Изъ нихъ на первомъ мѣстѣ нужно поставить способъ Тиммана (для массовыхъ опредѣленій измѣненный Шлезингъ-Вагнеромъ и требующій особаго прибора), дающій возможность опредѣлять азотную кислоту въ присутствіи азотистыхъ органическихъ веществъ. По этому методу раскисленіе азотной кислоты производится хлористымъ желѣзомъ въ присутствіи соляной кислоты.



Для опредѣленія берутъ колбу, лучше круглодонную, вмѣстимостью около 200 к. с. рис. 3. Колба заткнута каучуковой пробкой съ двумя отверстиями, черезъ которыя пропущены стеклянныя согнутыя трубки a и b ; a кончается сейчасъ подъ пробкой, b же болѣе длинна, на концѣ оттянута и отогнута кверху. На наружные концы трубокъ надѣваются каучуковыя трубки съ зажимами. Трубка a служитъ для перевода выдѣлившейся окиси азота въ эвлюметръ d для измѣренія, а трубка b для выгуса внутри колбы раствора $FeCl_2$ и HCl . Для того, чтобы удобнѣе было производить эти двѣ операціи, каучуковая трубка, надѣтая на a , переходитъ въ стеклянную трубку n , загнутую кверху; трубка b оканчивается прямой стеклянной трубкой q .

Опыт ведется такимъ образомъ. Внутри колбы помещаютъ изельдуемую воду (см. выше). Колбу затыкаютъ пробкой съ трубками; трубочку *b* погружаютъ въ стаканчикъ съ дистиллированной водою и, открывъ зажимъ, кипятятъ до полного изгнания воздуха изъ прибора, что узнаютъ, опрокидывая надъ изогнутою трубкою пробирку, наполненную свѣже-прокипяченною водою; въ ней не должно быть появленія пузырьковъ газа. Или: быстро зажимаютъ пальцами каучуковую трубку; тогда, если воздухъ спокоя выгнанъ и трубки наполнены только парами воды, чувствуется толчекъ отъ воды, устремившейся въ образовавшееся отъ сгущенія паровъ безвоздушное пространство. Когда воздухъ будетъ выгнанъ изъ трубки *a*,

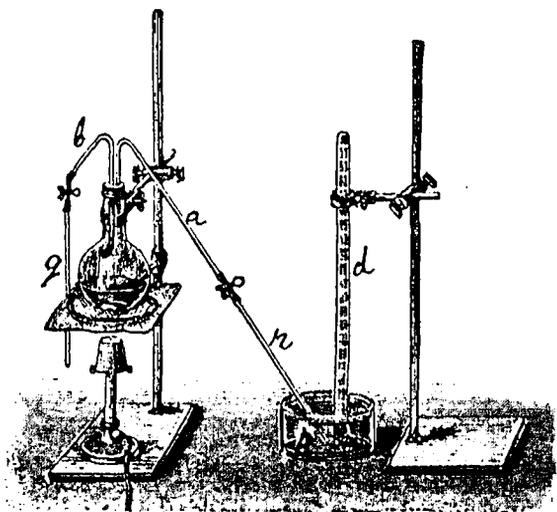


Рис. 3.

ее запрягаютъ зажимомъ, и начинаютъ такъ же выгонять воздухъ изъ трубки *b*. Когда это достигнуто, запрягаютъ и трубку *b*, оставляютъ надъ-подъ прибора горѣлку, и даютъ колбочкѣ нѣсколько охладиться.

Приборъ такимъ образомъ приготовленъ для опредѣленія. Теперь загнутый конецъ трубки *n* подводятъ подъ эвдиометръ, наполненный свѣже-прокипяченныиъ 10% растворомъ ѣдкого натра. Конецъ же трубки *q* опускаютъ въ растворъ $FeCl_2$. (Растворъ этотъ готовится такъ: около 30—50 гр. продажнаго полухлористаго желѣза помещаютъ въ колбочку, наливаютъ туда примѣрно 100 к. с. воды и немножко соляной кислоты; бросивъ нѣсколько желѣзныхъ стружекъ, кипятятъ подъ тягой до тѣхъ поръ, пока растворъ приметъ зеленоватый оттѣнокъ). Осторожно приоткрывъ зажимъ, впускаютъ внутрь колбы 10—15 к. с. раствора, затѣмъ точно такъ же впускаютъ 10 к. с. крѣпкой соляной кислоты и еще

10—20 куб. с. воды. Закрывъ зажимъ, начинаютъ осторожно подогревать колбочку, все время обращая вниманіе на внѣшній видъ каучуковыхъ трубочекъ, которыя будутъ спавшимися вслѣдствіе того, что внутри образовано разрѣженное пространство. При подогреваніи начнетъ выдѣляться NO и пары воды, которыя будутъ мало-по-малу наполнять внутренность колбочки, вслѣдствіе чего каучуки начнутъ расправляться. Какъ только каучуковыя трубочки замѣтно расправятся, сейчасъ же слѣдуетъ перевести зажимъ съ каучуковой трубки *a* на стеклянную, а каучуковую зажать пальцами. Время отъ времени, чуть-чуть отпуская пальцы, смотреть, куда идетъ жидкость, находящаяся въ трубкѣ *n*; если она подымается кверху, то въ колбѣ отрицательное давленіе, если же она опускается внизъ, то, значитъ, колба достаточно наполнена парами и окисью азота, и тогда безъ всякаго колебанія можно снять пальцы съ каучуковой трубки и дать возможность окиси азота переходить въ эвдиометръ. Такъ какъ вмѣстѣ съ окисью азота (не поглощаемой ѣдкимъ натромъ) будутъ переходить пары HCl и воды, которыя будутъ задерживаться холоднымъ растворомъ ѣдкой щелочи, то кипѣніе жидкости внутри колбы всегда сопровождается стукомъ загнутаго конца трубки *n* объ край эвдиометра, что можетъ повести къ тому, что или трубка *n* разобьется, или разобьется эвдиометръ. Поэтому для большей безопасности прибора на загнутый конецъ трубки *n* слѣдуетъ надѣвать каучуковую трубочку, которая служить какъ бы буферомъ при ударахъ. Кипяченіе продолжаютъ до тѣхъ поръ, пока объемъ газовъ въ эвдиометрѣ въ теченіе нѣсколькихъ минутъ остается постояннымъ. Тогда эвдиометръ переносятъ въ большой высокій сосудъ съ водой, даютъ газу охладиться, измѣряютъ его объемъ, замѣчаютъ его температуру и барометрическое давленіе, затѣмъ найденный объемъ газа приводятъ къ 0^0 и 760 мм. давленія по формулѣ:

$$V^0 = \frac{V(B-f)}{(1+0,00367t)760},$$

гдѣ V^0 —искомый объемъ газа при 0^0 и 760 мм. давл.,

V — наблюдаемый объемъ,

B — атмосферное давленіе (высота барометра),

t — наблюденная температура,

f — упругость водяныхъ паровъ при наблюденной температурѣ ¹⁾.

1 куб. с. окиси азота при 0^0 и 760 мм. вѣситъ 0,001344 гр. и соотвѣтствуетъ 0,002417 гр. N_2O_5 .

¹⁾ Таблица упругостей водяного пара для разныхъ температуръ помѣщена въ концѣ книги.

Колориметрически азотную кислоту определяют такъ: берутъ 2 колбочки, емкостью по 50 к. с., или, лучше, 2 тонкостѣнныхъ цилиндра, и наливаютъ въ одну колбу 10 к. с. изслѣдуемой воды, а въ другую 10 куб. с. дистиллированной. Затѣмъ въ обѣ колбы бросаютъ очень небольшое количество (на кончикѣ ножа) бруцина и нѣсколько капель сѣрной кислоты. Когда бруцинъ растворится, прибавляютъ въ ту и другую колбочку по 20 к. с. крѣпкой сѣрной кислоты. Чтобы жидкость не закипѣла и не произошла бы отъ этого потеря HNO_3 , сѣрную кислоту приливаютъ осторожно по краю. Испытуемая вода, если она содержитъ азотную кислоту, окрашивается при этомъ въ желтый цвѣтъ, а дистиллированная вода остается почти безцвѣтной. Затѣмъ къ дистиллированной водѣ, пока она еще не остыла, прибавляютъ по каплямъ изъ узкой бюретки растворъ селитры (0,1872 гр. KNO_3 на 1000 к. с.) до тѣхъ поръ, пока окраска въ обѣихъ колбахъ не сдѣлается одинаковой. Каждый 1 к. с. потраченного раствора селитры отвѣчаетъ 0,0001 гр. N_2O_5 .

Если растворъ въ колбѣ съ дистиллированной водой охладится, то появляющееся отъ прибавленія селитры красное окрашиваніе начинается медленно переходить въ желтое; въ такомъ случаѣ слѣдуетъ колбочку подогрѣть на голомъ огнѣ. Такъ какъ въ природной водѣ находится часто также и азотистая кислота, то изъ найденнаго количества азотной кислоты вычитаютъ количество азотистой, умноживъ его на 1,42.

Такъ какъ наиболѣе точныя цифры получаются только въ томъ случаѣ, когда количество азотной кислоты на литръ воды равно 2—30 миллиграммамъ, то изслѣдуемую воду полезно бываетъ или разбавить дистиллированной водой, или сгустить выпариваніемъ до нужной концентраціи.

Определеніе азотистой кислоты по методу Тромедорфа производится колориметрически при помощи такихъ же приборовъ, которые описаны при колориметрическомъ определеніи амміака. Въ качествѣ реактива, вызывающаго окраску въ присутствіи азотистой кислоты, здѣсь употребляется смѣсь крахмального клейстера съ растворомъ іодистаго цинка (о приготовленіи этого реактива см. приложенія). При определеніи поступаютъ такъ: берутъ 100 к. с. изслѣдуемой воды и помѣщаютъ въ цилиндръ изъ прозрачнаго стекла, затѣмъ прибавляютъ 3 куб. с. сѣрной кислоты (1:3). Если тотчасъ же появится синяя окраска, что указываетъ на большое количество азотистой кислоты, то изслѣдуемую воду слѣдуетъ разбавить дистиллированной водой такъ, чтобы окрашиваніе появлялось только черезъ нѣсколько минутъ. Затѣмъ интенсивность окраски сравниваютъ съ особой шкалой, которую готовятъ такъ: берутъ 4 цилиндра, подобныхъ тому, въ которомъ находится изслѣдуемая на азотистую кислоту вода, и въ каждый наливаютъ 100 к. с. дистиллированной воды,



3 к. с. реактива, содержащаго іодистый цинкъ въ крахмальномъ раствороу и 1 к. с. сѣрной кислоты (1:3). Затѣмъ, въ первый цилиндръ прибавляютъ 1 к. с., во 2-ой—2 к. с., въ 3-й—3 и въ 4-й—4 к. с. раствора азотисто-каліевой соли, содержащаго въ 1 к. с. 0,01 миллигр. N_2O_5 ¹⁾. Такимъ образомъ получается шкала, съ которой и сравниваютъ испыдуемую воду.

При рѣшеніи вопроса о пригодности воды руководствуются обыкновенно, такъ называемыми, нормами.

Нормы для удовлетворительной питьевой воды. Вода должна быть безцвѣтна (въ не слишкомъ толстыхъ слояхъ), прозрачна, безъ запаха и посторонняго вкуса.

Вода не должна содержать азотистой кислоты, можетъ содержать лишь слѣды амміака и очень небольшое количество микроорганизмовъ.

Количество растворенныхъ твердыхъ веществъ должно быть не больше 0,5 гр. на 1000 к. с.

Количество органическихъ веществъ, опредѣляемыхъ окисленіемъ посредствомъ хамелеона, должно быть не болѣе 0,05 гр. на 1000 к. с. По Фишеру, если органическія вещества исключительно растительнаго происхожденія (изъ лѣсной или торфяной почвы), содержаніе хлора незначительно, азотистыхъ веществъ только слѣды, то можно допустить содержаніе органическихъ веществъ 0,07—0,1 гр. на 1000.

На 1 литръ воды должно содержаться: азотной кислоты не болѣе 5—15 миллиграммовъ (N_2O_5), хлора не болѣе 20—30 мг., сѣрной кислоты (SO_3) не болѣе 80 мг., магнезіи (MgO) не болѣе 40 мг., общая жесткость не должна превышать 18 нѣмецкихъ градусовъ.

Вода должна имѣть въ растворѣ достаточное количество газовъ (кислорода, углекислоты), по менѣе 30 к. с. на 1000, и невысокую температуру (+6 до +12° C.).

Въ виду того, что одинъ и тотъ же источникъ, въ зависимости отъ времени года, погоды и т. п., можетъ давать воду очень различнаго качества, для окончательнаго рѣшенія вопроса о томъ, можно ли пользоваться даннымъ источникомъ, одного анализа обыкновенно мало: слѣдуетъ произвести рядъ анализовъ, причемъ воду для анализа слѣдуетъ брать по возможности въ равное время года.

При рѣшеніи вопроса о пригодности воды большую пользу можетъ принести изученіе окрестностей источника въ геологическомъ и особенно въ санитарномъ отношеніи. Большое вниманіе необходимо обратить на то,

¹⁾ Растворяютъ 2,3 гр. KNO_3 въ 1000 воды. Титръ этого раствора опредѣляютъ такъ: къ раствору $KMnO_4$, титръ котораго установленъ по щавелевой кислотѣ, лучше сильно разбавленному, прибавляютъ нѣсколько куб. сант. разбавленной сѣрной кислоты, нагреваютъ до 40° и прибавляютъ изъ бюретки растворъ KNO_3 до полнаго обезцвѣчиванія. 1 к. с. $\frac{1}{10}$ нормальнаго $KMnO_4$ отвѣчаетъ 0,010 гр. N_2O_5 .

тъкак удаляются нечистоты и различнаго рода отбросы изъ жилищъ, находящихся по соседству съ источникомъ, не загрязнена-ли окружающая его почва, и не могутъ-ли дождевыя воды, стекающія по поверхности почвы, попадать въ него. Слѣдуетъ также ознакомиться съ составомъ воды соединихъ источниковъ.

Что касается вышеприведенныхъ нормъ, то имъ нельзя придавать абсолютнаго значенія. Если замѣчается, что составъ воды въ какомъ либо отношеніи не подходитъ къ нормѣ, нужно выяснитъ происхожденіе наблюдаемаго отклоненія.

Относительно прозрачности воды можно имѣть въ виду, что, если мутность вызывается частицами глины или другихъ минераловъ, то такая вода вполне годна для питья, она только не аппетитна; если же муть органическаго происхожденія, то вода должна быть признана негодной для питья. Если вода имѣетъ непріятный вкусъ и запахъ, то она совершенно не годна; если же вода взята изъ артезианскаго колодца, то она можетъ быть признана годной, хотя бы имѣла слабый запахъ сероводорода, если только этотъ запахъ пропадаетъ при стояніи на воздухѣ.

Остатокъ отъ выпариванія долженъ быть не больше 0,5 гр. на литръ, большее количество его можетъ быть допустимо только въ томъ случаѣ, если вода проходитъ такія породы, которыя въ ней частью растворяются, напр., гипсъ. Вообще же значительное содержаніе щелочноземельныхъ металловъ показываетъ, что вода прошла черезъ почву, загрязненную разлагающимися органическими веществами, и щелочныя земли перешли въ растворъ вслѣдствіе дѣйствія получающагося при этомъ угольнаго ангидрида.

Для питья наилучшей водой считается такая, жесткость которой 10—20°. Очень мягкая вода не вкусна, очень жесткая можетъ вызвать желудочныя заболѣванія. Для техническихъ цѣлей (питанія паровыхъ котловъ, прачечныхъ, солодовенъ, красильныхъ фабрикъ) желательна болѣе мягкая вода.

Хлоръ обычно въ водѣ источниковъ и колодцевъ бываетъ въ очень маломъ количествѣ. Исключеніе представляютъ источники, находящіеся на берегу моря или вытекающіе изъ пластовъ, содержащихъ въ себѣ поваренную соль. Если же въ водѣ колодца, находящагося въ обычныхъ условіяхъ, встрѣчаются хлористыя соли, то это указываетъ на то, что вода прошла черезъ почву, загрязненную мочей и другими человѣческими отбросами. Поэтому, если, кромѣ большого содержанія хлора, въ водѣ замѣчается повышенные жесткость и твердый остатокъ и большое количество азотнокислыхъ солей, то такая вода подозрительна. Вообще хлора должно быть не больше 20 мгр. на литръ.

Сѣрная кислота бываетъ въ водѣ въ видѣ сѣрнокислыхъ солей, главнымъ образомъ кальція. Если въ почвѣ, черезъ которую проходитъ вода, встрѣчается гипсъ, какъ горная порода, то присутствіе сѣрной кислоты въ водѣ не дѣлаетъ послѣднюю подозрительной, если же гипса въ почвѣ нѣтъ, то слѣдуетъ предположить, что сѣрная кислота образовалась изъ сѣры различныхъ органическихъ веществъ (главн. обр. животнаго происхожденія) при ихъ гниеніи. Вода, содержащая много сѣрной кислоты разстраиваетъ отравленіе желудка и считается недоброкачественной.

Азотная кислота обычно является окончательнымъ продуктомъ окисленія азотистыхъ органическихъ веществъ и попадаетъ въ воду въ видѣ совершенно безвредныхъ солей. Тѣмъ не менѣе ея присутствіе дѣлаетъ воду подозрительной, особенно, если ея количество превосходитъ 10—20 mgr. на литръ, и въ водѣ сосѣднихъ источниковъ ея мало.

Амміакъ и азотистая кислота въ чистой водѣ должны отсутствовать. Ихъ присутствіе въ большинствѣ случаевъ указываетъ на загрязненіе воды источника гниющими азотистыми отбросами. Такая вода считается очень подозрительной.

Источниками органическихъ веществъ въ водѣ могутъ быть растительные остатки, находящіеся въ почвѣ, и вещества животнаго происхожденія (различные хозяйственные отбросы, человѣческія изверженія и т. п.). Вещества эти придаютъ водѣ непріятный вкусъ и запахъ и иногда желтую окраску. Присутствіе этихъ веществъ въ водѣ не оказываетъ вреднаго вліянія на здоровье потребителей, особенно, если они растительнаго происхожденія; что же касается азотистыхъ органическихъ веществъ, то ихъ присутствіе дѣлаетъ воду весьма подозрительной, потому что можно опасаться, что вмѣстѣ съ ними попали въ воду различные (часто болѣзнетворные) микроорганизмы. Указаніе на присутствіе органическихъ веществъ животнаго происхожденія можно получить при прокаливаніи твердаго остатка. Развивающійся при этомъ запахъ жженого рога можетъ служить показателемъ присутствія азотистыхъ (животныхъ) органическихъ веществъ.

Кромѣ того для опредѣленія примѣся человѣческихъ и животныхъ отбросовъ, содержащихъ обыкновенно индолъ, скатолъ, фенолъ и т. п., можно пользоваться слѣд. реакціей. Въ высокій стеклянный цилиндръ наливають 100 к. с. воды, прибавляютъ нѣсколько капель раствора ѣдкаго натра и нѣсколько капель свѣжеприготовленнаго раствора діазобензолсульфокислоты (нѣсколько крупинокъ) въ капль ѣдкаго натра. Въ присутствіи пидола и т. п. продуктовъ распада замѣчается измѣненіе окраски въ теченіе 5 минутъ. Для сравненія ведутъ параллельно опытъ съ дистиллированной водой.

Топливо.

Изъ различныхъ родовъ топлива наиболѣе часто подвергается анализу каменные угли и торфъ, потому что составъ ихъ даже въ томъ случаѣ, когда образцы взяты изъ одной копи, можетъ значительно колебаться. Особенно сильному колебанію подвержено содержаніе золы и сѣры въ каменномъ углѣ и коксѣ, и золы и воды въ торфѣ. Что же касается дерева, то содержаніе золы въ немъ бываетъ болѣе или менѣе постояннымъ, и варьируетъ только содержаніе воды. Изъ этого обстоятельства слѣдуетъ, что правильное взятіе средней, или такъ называемой генеральной пробы, имѣетъ большое значеніе; неправильно взятая проба дѣлаетъ анализъ никуда негоднымъ.

При приѣмѣ партіи торфа, каменнаго угля или кокса, на расчищенной площадкѣ, лучше всего покрытой досками или брезентомъ, сваливается каждая 50-я или 100-ая тачка. Когда такая средняя проба отобрана, уголь разбиваютъ на болѣе мелкіе куски, которые разравниваютъ на полу въ видѣ прямоугольника. Затѣмъ діагоналями дѣлятъ прямоугольникъ на 4 части, 2 противоположныя соединяютъ вмѣстѣ и дѣлятъ такимъ образомъ все количество топлива на 2 болѣе или менѣе равныя по вѣсу и одинаковыя по качеству части. Одна половина отбрасывается а другая подвергается дальнѣйшему уменьшенію, для чего большіе куски вновь разбиваютъ, вновь перемѣшиваютъ и опять распределяютъ въ видѣ прямоугольника, который опять дѣлятъ на 4 части и такъ поступаютъ по предыдущему до тѣхъ поръ, пока не остается около 2 килограммовъ, которые сейчасъ же помѣщаютъ въ стеклянки съ притертыми пробками и отправляютъ въ лабораторію. Проба, доставленная въ лабораторію, вновь измельчается, и изъ нея отбирается небольшая часть около 200 граммовъ, которая затѣмъ истирается въ тонкій порошокъ, при этомъ, конечно, нельзя изъ нея выбросить ни одного кусочка, какъ бы трудно онъ ни растирался.

Что касается приготовленія образца дровъ для анализа, то онъ удобно готовится такъ: нѣсколько полнѣевъ, по вышнему виду наиболѣе отвѣчающихъ среднему достоинству всей партіи, перепиливаютъ ¹⁾, не удаляя коры, попереки каждое полѣно въ нѣсколькихъ мѣстахъ. Опилки, тщательно собранные и перемѣшанные, и могутъ служить для анализа.

Опредѣленіе воды въ топливѣ является однимъ изъ самыхъ важныхъ опредѣленій, а для дерева единственнымъ, какое обыкновенно про-

¹⁾ Перепиливаніе слѣдуетъ вести осторожно, чтобы не было сильнаго разогрѣванія пилы. Въ противномъ случаѣ будетъ значительная потеря влажности.

изводить. Определение это производится нагреваниемъ въ воздушной банѣ при 105—110° навѣски 5—10 гр. въ тиглѣ, снабженномъ крышкой, или на часовыхъ стеклахъ. Для полного высушиванія достаточно 2—3 часа. Затѣмъ сосудъ съ высушеннымъ веществомъ охлаждають въ эксиккаторѣ и взвѣшиваютъ. Потеря вѣса, выраженная въ процентахъ, даетъ содержаніе воды въ процентахъ. Нужно замѣтить, что цифры, полученные этимъ способомъ, не совершенно точны. Дѣло въ томъ, что съ одной стороны уголь при нагреваніи на воздухъ окисляется, поглощая кислородъ, влѣдствіе чего вѣсъ его увеличивается, съ другой стороны онъ теряетъ при высушиваніи не только воду, но и другія летучія вещества, входящія въ его составъ, отъ чего вѣсъ угля уменьшается. Въ виду этого, предложено опредѣлять воду въ углѣ высушиваніемъ его при обыкновенной температурѣ въ эксиккаторѣ надъ сѣрной кислотой. Впрочемъ, для техническихъ цѣлей первый способъ, быстро выполнимый, примѣняется чаще.

Содержаніе гидроскопической воды въ различныхъ видахъ топлива подвержено сильному колебанію. Такъ, дрова, пролежавшія на воздухѣ около 2-хъ лѣтъ, содержатъ воды отъ 15% (смолистыя породы) до 20% (лиственныя породы), въ торфѣ и буромъ углѣ воды бываетъ обыкновенно около 15%—20%, въ каменныхъ угляхъ около 2—4%, въ коксѣ 1—2%.

Определеніе золы. Для определенія золы 2—5 гр. угля или торфа нагревають въ платиновомъ закрытомъ крышкой тиглѣ сначала слабо до тѣхъ поръ, пока не прекратится выдѣленіе горючихъ газовъ, затѣмъ, открывъ тигель и положивъ его наклонно, нагреваніе усиливають и продолжаютъ его до полного выгоранія органическаго вещества. Нужно избѣгать очень сильнаго нагреванія, дабы не потерять части щелочей влѣдствіе улетучиванія. Послѣ взвѣшиванія золы, ее полезно испытать на приуствіе щелочей, для чего золу пробуютъ мокрой красной лакмусовой бумажкой и обливають соляной кислотой. Если замѣчается сильное посиненіе лакмусовой бумажки и всплываніе золы отъ кислоты, то такая зола, какъ содержащая щелочи, будетъ развѣдывать огнеупорные кирпичи. Кроме того, обращаютъ вниманіе на плавкость золы, что также имѣетъ большое значеніе, ибо такая зола будетъ сильно засорять колосники.

Количество золы въ торфѣ сильно колеблется: въ нѣкоторыхъ торфахъ она опускается до 0,5%, въ другихъ же возрастаетъ до 50%. Торфъ, содержащій на сухое вещество менѣе 5% золы, считается бѣднымъ золою, торфъ, содержащій до 10% золы—торфомъ съ среднимъ содержаніемъ золы, а торфъ, содержащій болѣе 10% золы—богатымъ золою. Если въ торфѣ количество золы доходитъ до 25%, то его обыкновенно бываетъ невыгодно употреблять въ качествѣ топлива.

Въ бурыхъ угляхъ количество минеральныхъ веществъ колеблется еще сильнѣе, чѣмъ въ торфѣ, именно оно бываетъ отъ 1⁰/₀ до 75⁰/₀. Если золы больше 50⁰/₀, то такой уголь считается негоднымъ, обыкновенно же золы бываетъ около 10⁰/₀.

Каменные угли по содержанию золы похожи на торфъ: одни изъ нихъ содержатъ всего 0,2⁰/₀ золы, другіе же 20⁰/₀—40⁰/₀ и даже больше. Лучшіе угли имѣютъ золы отъ 4⁰/₀ до 7⁰/₀, угли среднего качества 8⁰/₀—14⁰/₀ дурные—болѣе 14⁰/₀.

Въ хорошемъ коксѣ золы бываетъ 3—8⁰/₀. Коксъ, содержащій болѣе 12⁰/₀ золы, считается дурнымъ.

Выходъ кокса. 1—1,5 гр. угля нагреваютъ въ закрытомъ платиновомъ тиглѣ на сильномъ пламени Бунзеновской горѣлки такъ, чтобы плямя вошло охватывало тигель, до тѣхъ поръ, пока еще выделяются изъ подъ крышки тигля горючіе газы. Затѣмъ, послѣ охлажденія въ эксиккаторѣ, взвѣшиваютъ. Остатокъ въ тиглѣ—коксъ.

По Грунеру, на основаніи выхода кокса и его внѣшняго вида и др. свойствъ, каменные угли можно раздѣлить такъ:

	Выходъ кокса.	Видъ и свойства кокса.
1) Тощіе (сухіе) угли съ длиннымъ пламенемъ	50—60 ⁰ / ₀	Порошковатый или спекшійся.
2) Жирные угли съ длиннымъ пламенемъ (газовые)	60—68 ⁰ / ₀	Сплавленный, сильно пористый.
3) Жирные (собственно) угли (кузнечные)	68—74 ⁰ / ₀	Сплавленный, умѣренно плотный.
4) Жирные угли съ короткимъ пламенемъ (коксовые)	74—82 ⁰ / ₀	Сплавленный, очень плотный, мало пористый.
5) Тощіе антрацитовые угли	82—90 ⁰ / ₀	Спекшійся или порошковатый.

Опредѣленіе сѣры. При изслѣдованіи ископаемыхъ углей необходимо обращать вниманіе на содержаніе въ нихъ сѣры, которая можетъ быть или въ видѣ сѣрнаго колчедана, или въ видѣ сѣрнокислыхъ солей, или въ видѣ сѣристыхъ органическихъ соединений.

Для техническихъ цѣлей въ зависимости отъ назначенія угля дѣлаютъ опредѣленія или всей сѣры, или сѣры летучей. При изслѣдованіи углей, примѣняемыхъ въ качествѣ топлива, чаще всего опредѣляютъ количество летучей сѣры, т.е. той, которая при горѣніи топлива переходитъ въ сѣристый и сѣрный ангидридъ, сѣра же, остающаяся въ золѣ не

имѣеть никакого значенія. Въ тѣхъ же производствахъ, гдѣ уголь приходитъ въ непосредственное соприкосновеніе съ вырабатываемымъ продуктомъ (напр. при доменномъ производствѣ), можетъ имѣть значеніе вся сѣбра, въ какомъ бы видѣ она ни была въ углѣ.

Опредѣленіе общаго количества сѣры большей частью производится по Эшка. Около 1 гр. мелко растертаго угля тѣсно перемѣшиваютъ съ 2 гр. смѣси окиси магнія (2 вѣс. ч.) и безводнаго углекислаго натрія (1 вѣс. ч.) въ платиновомъ тиглѣ при помощи толстой платиновой проволоки. Затѣмъ, открытый тигель, помѣщенный наклонно, нагреваютъ на спиртовой лампѣ ¹⁾ при частномъ помѣшиваніи въ теченіе часа. Нагрѣвать нужно только нижнюю половину тигля. Черезъ часъ обыкновенно сжиганіе можно считать оконченнымъ, что узнается по измѣненію цвѣта массы, которая до нагреванія была сѣрой, а послѣ становится свѣтло-желтой, красновато-желтой или свѣтлобурой. Послѣ охлажденія содержимое тигля помѣщаютъ въ стаканъ, обливаютъ водой и кипятятъ, постоянно подливая испаряющуюся воду, прибавляютъ до желтаго окрашиванія бромной воды, вновь нагреваютъ и затѣмъ отфильтровываютъ отъ нерастворившейся части. Фильтратъ подкисляютъ соляной кислотой, кипятятъ для окончательнаго удаленія брома, и сѣрную кислоту осаждаютъ хлористымъ баріемъ. Изъ количества сѣрнокислаго барія вычисляютъ количество сѣры.

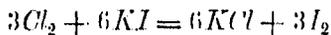
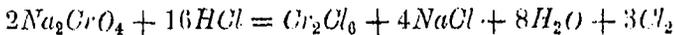
Очень скоро опредѣляется сѣбра въ каменныхъ угляхъ и коксѣ по способу, разработанному Тау и Бромлеемъ. Въ стальной или, лучше, никкелевой тигель, емкостью около 50 к. с. помѣщаютъ 11,5 гр. порошковой перекиси натрія и 0,7 гр. мелко истолченного кокса (или 0,7 гр. каменнаго угля и 16 гр. перекиси натрія). Перемѣшавъ тщательно въ тиглѣ оба эти вещества, ставятъ тигель на маленькій треножникъ въ стеклянный стаканъ такъ, чтобы разстояніе между дномъ тигля и дномъ стакана было около 1 ст. Затѣмъ въ стаканъ наливаютъ дистиллированной воды столько, чтобы тигель былъ погруженъ въ нее приблизительно до половины. Тигель закрываютъ крышкою, въ которой продѣлано небольшое отверстіе. Введя черезъ это отверстіе накаленную проволоку, зажигаютъ содержимое тигля. Черезъ 3 минуты горѣніе оканчивается, при чемъ вся сѣбра переходитъ въ сѣрнокислый натрій; затѣмъ, положивъ тигель на бокъ, растворяютъ его содержимое, и въ растворѣ опредѣляютъ

¹⁾ Такъ какъ въ свѣтлномъ газѣ содержатся сѣрнистыя соединенія, которыя при горѣніи даютъ сѣрнистый ангидридъ, а послѣдній можетъ поглотиться смѣсью окиси магнія и соды, то это опредѣленіе слѣдуетъ производить на спиртовой лампѣ.

обычнымъ способомъ сѣрную кислоту, т. е. подкисляютъ соляной кислотой и осаждаютъ хлористымъ баріемъ.

Опредѣлить количество сѣрной кислоты, вмѣсто только что указаннаго вѣсового способа, можно и объемнымъ. Для этого къ подкисленному соляной кислотой раствору прибавляютъ нѣсколько капель амміака такъ, чтобы былъ очень небольшой его избытокъ и затѣмъ 15 к. с. хромокислаго барія (23 гр. $BaCrO_4$ + 80 к. с. крѣпкой HCl + 9,2 к. с. дистиллированной воды). Вновь испытываютъ, нѣтъ-ли избытка амміака, кипятятъ до тѣхъ поръ, пока не будетъ слышно запаха амміака. Затѣмъ фильтруютъ, промываютъ осадокъ водой, къ фильтрату прибавляютъ 1 гр. іодистаго калия, охлаждаютъ до 30°, приливаютъ 5 к. с. соляной кислоты и титруютъ сѣрноватистокислымъ натріемъ ($\frac{1}{10}$ норм.), употребляя въ качествѣ индикатора крахмальный клейстеръ.

Тутъ имѣютъ мѣсто слѣдующія реакціи. Сначала, какъ указано выше, сѣра переходитъ въ сѣрнокиселый натрій, затѣмъ



слѣдовательно, каждый атомъ сѣры отвѣчаетъ выдѣленію 3 атомовъ іода. На этомъ основаніи и производится по количеству выдѣлявшагося іода вычисленіе бывшей въ углѣ сѣры.

Чтобы найти количество летучей сѣры, опредѣляютъ количество сѣры въ золѣ и, вычтя найденную величину изъ общаго количества сѣры, находятъ летучую сѣру. Лучше, впрочемъ, опредѣлять летучую сѣру непосредственно, сжигая топливо въ трубкѣ для элементарнаго анализа, въ которой вмѣсто ожиев мѣди находится платинированный азбестъ; при этомъ газы, выходящіе изъ трубки, пропускаютъ въ перекинь водорода. По окончаніи сожженія опредѣляютъ сѣрную кислоту, сконцентрировавъ въ перекинь водорода.

Количество сѣры въ хорошихъ сортахъ каменнаго угля бываетъ отъ 0,5 до 2%, въ бурыхъ угляхъ оно иногда доходитъ до 6%; въ хорошемъ коксѣ сѣры не должно быть больше 1%.

Опредѣленіе теплотворной способности. Теплотворная способность топлива опредѣляется числомъ единицъ тепла, образующихся при сожиганіи одной вѣсовой единицы топлива. За такую вѣсовую единицу топлива въ технику обыкновенно принимаютъ одинъ килограммъ, а

за единицу тепла—то количество его, которое въ состояніи нагрѣть одинъ килограммъ воды отъ 0° до 1°.

Точно опредѣлить теплотворную способность топлива можно только при помощи калориметра, но такъ какъ калориметры очень дороги, то для сужденія о теплотворной способности большей частью пользуются менѣе точнымъ методомъ—вычисленіемъ по элементарному составу ¹⁾ топлива. Методъ такого вычисленія основанъ на правилѣ Дюлонга, что при сжиганіи сложнаго соединенія, состоящаго изъ углерода и водорода, выдѣляется то же количество тепла, какъ и при сжиганіи этихъ элементовъ въ свободномъ состояніи, а при сжиганіи соединенія, содержащаго, кромѣ углерода и водорода, еще кислородъ, такое количество тепла, которое выдѣлилось бы при отдѣльномъ сжиганіи углерода и той части водорода, которая останется, если вычестъ столько водорода, сколько его нужно для соединенія съ имѣющимся кислородомъ въ воду. При этомъ принимаютъ, что 1 килограммъ водорода даетъ при сгораніи въ воду (жидкую при 0°) 34220 ед. тепла, а одинъ килограммъ углерода при сгораніи въ угольный ангидридъ 8100 ед. тепла. Отсюда получается общая формула, по которой, на основаніи элементарнаго анализа, можно вычислять теплотворную способность.

$$V = 8100 c + 34220 \left(h - \frac{1}{8} o \right),$$
 гдѣ V —теплотворная способность, c , h , o ²⁾ вѣсовые количества углерода, водорода и кислорода, содержація въ одной вѣсовой единицѣ топлива.

Если опредѣлена сѣра, то вычисленіе можно произвести по формулѣ

$$V = 8100 c + 34220 \left(h - \frac{1}{8} o \right) + 2500 S$$
 (гдѣ S вѣсовое количество сѣры въ единицѣ топлива).

Въ выше приведенныхъ уравненіяхъ принимается, что при горѣніи водорода получается вода въ жидкомъ состояніи. Если же принять, что при сжиганіи топлива, какъ это обыкновенно и бываетъ, вода получается въ видѣ пара, и, кромѣ того, вычисленіе отнести къ топливу, имѣющему W гигроскопической воды, то формула приметъ такой видъ:

$$V = 8100 c + 28800 \left(h - \frac{o}{8} \right) + 2500 S - 600 W.$$

¹⁾ Опредѣленіе элементарнаго состава органическихъ соединеній можно найти въ любомъ руководствѣ по количественному анализу.

²⁾ Въ томъ случаѣ, когда въ послѣдуемомъ углѣ азотъ не опредѣляется отдѣльно, O выражаетъ сумму кислорода и азота.

Теплотворная способность, вычисленная по формулѣ Дюлонга, для некоторыхъ каменныхъ углей одинакова съ дѣйствительной, определенной калориметрически, для другихъ же отклоненія достигаютъ 2—6%, что чаще всего наблюдается для дерева, торфа и бурыхъ углей, для которыхъ вычисленная величина всегда меньше дѣйствительной.

Въ виду того, что способъ Дюлонга требуетъ хорошо выполненнаго элементарнаго анализа, что является дѣломъ довольно труднымъ, для приближительнаго сужденія о достоинствѣ топлива и до сихъ поръ иногда пользуются менѣе точнымъ, но очень простымъ методомъ Бертье, который, будучи применимъ къ опредѣленію теплотворной способности близкихъ между собою видовъ топлива, даетъ сравнимые между собою и пригодные для практическихъ цѣлей результаты.

Способъ Бертье основанъ на предположеніи (оказавшемся не вѣрнымъ), что при соединеніи одной вѣсовой единицы кислорода съ какимъ бы то ни было тѣломъ выделяется одно и то же количество тепла (около 3000 единицъ).

Опредѣленіе теплотворной способности по Бертье производится такъ. 1 гр. изслѣдуемаго топлива, растертаго въ мелкій порошокъ, тщательно смѣшиваютъ въ ступкѣ съ 40 гр. глета, предварительно прокаленнаго. Смѣсь эту помещаютъ въ гессенскій тигель изъ огнеупорной глины и сверху засыпаютъ 25—30 гр. чистаго глета. Чтобы защитить глетъ отъ дѣйствія могущихъ попасть въ тигель возстановляющихъ газовъ, поверхъ глета лучше насыпать слой песку (прокаленнаго) или битаго стекла. Тигель долженъ быть такой величины, чтобы засыпъ наполняла его только до половины. Закрывъ тигель крышкою, его нагреваютъ въ муфельѣ или въ угольной печи сначала слабо, а подъ конецъ минутъ 10 держать при яркомъ каленіи. При нагреваніи углеродъ и водородъ топлива окисляются на счетъ кислорода окиси свинца, возстановляющейя въ металлическій свинецъ, который собирается на днѣ тигля. После охладенія тигля, его разбиваютъ, вынимаютъ королекъ свинца, который для отдѣленія отъ него глета проковываютъ на чистой наковальнѣ, и взвѣшиваютъ. Зная вѣсъ полученнаго свинца и принявъ во вниманіе, что каждыя 103,5 вѣсовыхъ единицы свинца получились влѣдствіе выдѣленія 8 вѣсовыхъ единицъ кислорода, находятъ количество кислорода, понесшаго на сжиганіе топлива по слѣд. формулѣ:

$$A = \frac{8 \times a}{103,5}, \text{ гдѣ } a \text{ вѣсъ королька свинца.}$$

Зная, что 1 ч. кислорода, потраченная на горѣніе топлива даетъ 3000 ед. тепла, найдемъ теплотворную способность, умноживъ A на 3000.

Вполнѣ точно, какъ указало выше, теплотворную способность топлива можно опредѣлить только при помощи калориметрической бомбы. Въ на-

стоящее время применяются бомбы различных системъ, среди которыхъ первое мѣсто принадлежит системѣ Бертело. Бомба Бертело представляетъ изъ себя толстостѣнный стальной тигель, плотно закрывающійся стальной же крышкой. Такъ какъ при сжиганіи топлива при помощи кислорода, накачаннаго въ бомбу подъ давленіемъ до 25 атмосферъ, образуется, на счетъ примѣси къ продажному кислороду азота, азотная кислота, а сѣра топлива при этихъ условіяхъ даетъ сѣрную кислоту, то для защиты бомбы отъ развѣданія этими кислотами внутренность ея Бертело покрылъ толстымъ слоемъ платины. На каждую бомбу Бертело употребляетъ до 1300 гр. платины, вельдствіе чего стоимость бомбы становится настолько значительной, что рѣдкая лабораторія оказывается въ состояніи ее приобрести. Въ болѣе дешевыхъ бомбахъ этотъ защитный слой платины замѣняется эмалью (бомбы Малера), или слой платины дѣлается тонкимъ (напр., въ бомбѣ Лангбейна платины только 90 гр.), во всѣхъ же остальныхъ существенныхъ частяхъ всѣ бомбы болѣе или менѣе одинаковы.

Бомба Лангбейна (рис. 4) состоитъ изъ четырехъ частей: тигля *A*, крышки *B*, гайки *C*, прижимающей крышку, и подставки *D*. Герметичность запора достигается при помощи свинцоваго кольца, подкладываемаго подъ крышку. При завинчиваніи бомбы ее помѣщаютъ въ особенную подставку, неподвижно прикрѣпленную къ подоконнику или столу, и при помощи большого ключа, надѣтаго на гайку *C*, такъ плотно прижимаютъ крышку, что свинцовое кольцо входитъ въ желобокъ *f*. На крышкѣ *B* находятся толстыя платиновыя проволоки *a* и *b*, изъ которыхъ *a* изолирована отъ крышки. Проволока *b* служитъ для поддержки чашечки *g* съ извлекаемымъ топливомъ. Кислородъ изъ цилиндра (съ сжатымъ кислородомъ) проводится въ бомбу черезъ винтъ *d* и трубочку *e*, которая отогнута въ сторону для того, чтобы струя кислорода не распылила вещество, находящееся въ чашечкѣ *g*. Когда давленіе кислорода внутри бомбы дойдетъ до 25 атмосферъ, бомбу запираютъ, завинчивая винтъ *d*, концы сточенный на конусъ.

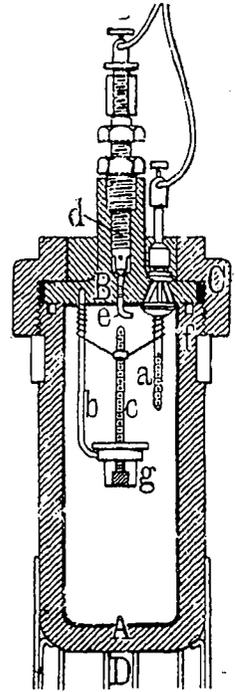


Рис. 4.

Зажиганіе топлива производится при помощи хлопчатобумажной нити (запала), подвѣшенной на платиновую проволоку (0,1 мм. толщиной), натянутую между толстыми платиновыми проволоками *a* и *b*. Когда по *a* и *b* пойдетъ токъ отъ батареи (2—3 аккумулятора), то тонкая платино-

вая проволока накалится и зажжет хлопчатобумажную нить, послѣдняя же, сгорая, переплавить платиновую проволоку, отъ чего токъ прекратится.

Для того чтобы видѣть, переплавилась ли проволока. т.-е. загорѣлся ли запаль, въ цѣнь включаютъ лампочку накалыванія, которая загорается, какъ только пойдетъ токъ, и гаснетъ, когда проволока переплавится.

При сожиганіи бомба находится въ калориметрѣ, наполненномъ во-

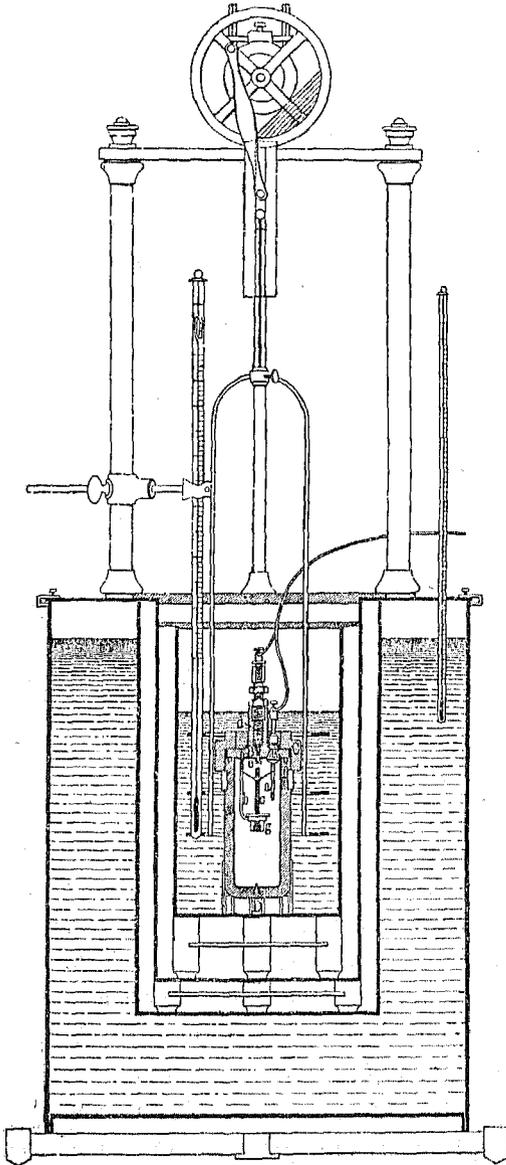


Рис. 5

дой. Калориметръ представляетъ изъ себя никеллированный цилиндръ, приблизительно такой же высоты, какъ и бомба. Для того, чтобы уменьшить потерю тепла отъ лучеиспусканія и по возможности уединить его отъ окружающаго пространства, его помѣщаютъ на стеклянномъ или эбонитовомъ треножничѣ во второй пустой цилиндръ (рис. 5), который въ свою очередь стоитъ въ большомъ мѣдномъ сосудѣ съ двойными стѣнками, между которыми находится вода.

Двѣ эбонитовыхъ или картонныхъ крышки защищаютъ калориметръ сверху. Вода въ калориметрѣ во время опыта должна перемѣшиваться мѣшалкой, приводимой въ движеніе какимъ-либо двигателемъ. Мѣшалка состоитъ изъ трехъ продырявленныхъ колецъ, прикрѣпленныхъ къ дугѣ, имѣющей движеніе вверхъ и внизъ. Два верхнихъ кольца имѣютъ вырѣзку для термометра. Если мѣшалка въ

минуту дѣлаетъ 60 движеній вверхъ и столько же внизъ, то это считается

вполнѣ достаточнымъ. Для отчета температуры употребляется термометръ Векмана, имѣющій дѣленія на $\frac{1}{100}$ градуса. При такомъ термометрѣ при помощи лупы можно производить отчетъ $\frac{1}{1000}$ градуса. Для того, чтобы избѣжать ошибки отъ прилипанія ртути въ термометрѣ, слѣдуетъ передъ каждымъ отчетомъ слегка ударить по нему стеклянной палочкой, на которую надѣта каучуковая трубка.

Водяное число аппарата (значеніе калориметра въ водѣ). За единицу тепла, какъ указано выше, принимается такое количество теплоты, которое можетъ нагрѣть 1 килограммъ воды на 1 градусъ Цельсія. При всѣхъ калориметрическихъ опредѣленіяхъ теплота, выдѣляющаяся при горѣніи будетъ идти не только на нагрѣваніе воды калориметра, но также и на нагрѣваніе металлическихъ частей аппарата, стекла термометра, и т. п. Такъ какъ теплоемкость всѣхъ этихъ матеріаловъ, изъ которыхъ состоитъ аппаратъ, очень различна, то ее обыкновенно переводятъ на теплоемкость соответственнаго количества воды. Эта величина и есть водяное число аппарата. Ее нужно опредѣлить возможно точно, ибо въ противномъ случаѣ всѣ опредѣленія будутъ имѣть постоянную ошибку.

Эту величину легко опредѣлить слѣдующимъ образомъ. Въ аппаратѣ сжигаютъ какое-либо химическое соединеніе ¹⁾, теплота горѣнія котораго точно опредѣлена, и затѣмъ водяное число вычисляютъ по формулѣ:

$$K = \frac{Vw}{t} - w,$$

гдѣ Vw — теплота горѣнія взятаго вещества, включая сюда и теплоту, развившуюся отъ зажиганія и отъ образованія азотной кислоты, t — повышение температуры (неправленое), w — количество воды въ калориметрѣ.

Примѣръ. Сжигается камфора (1 gr. = 9291,6 cal.).

1) Выдѣлилось тепла отъ горѣнія

	1,0001 gr. камфоры — 9292,5 cal.
" " „ зажиганія	" 22,3 "
" " „ образованія азотной к.	" 12,0 "
	Vw = 9326,8 cal.

$$w = 2160 \quad t = 3,7194^{\circ}$$

$$K = \frac{9326,8}{3,7194} - 2160$$

$$K = 347,6$$

¹⁾ Подробности см. дальше.

2) Выдѣлилось тепла отъ горѣнія 1,0020 гр. камфоры	9310,2 cal.
„ „ „ зажиганія	20,3 „
„ „ „ образованія азотной к.	12,0 „
	U _w = 9342,5 cal.

$$w = 2160 \quad t = 3,7258^\circ$$

$$K = \frac{9342,5}{3,7258} - 2160$$

$$K = 347,5$$

При установкѣ значенія аппарата въ водѣ слѣдуетъ сдѣлать по крайней мѣрѣ 3 опредѣленія съ различными веществами. Чаще всего при этомъ употребляются слѣдующія вещества: бензойная кислота 6322,3, кофенинъ 5231,4, камфора 9291,6, бензоинъ 7883,4, гишуровая кислота 5668,2, тростниковый сахаръ 3955,2.

Опредѣленіе теплотворной способности топлива ведется такъ. Отвѣшиваютъ на грубыхъ вѣсахъ 1 гр. угля, теплотворную способность котораго желаютъ опредѣлить, и спрессовываютъ его специальнымъ прессомъ въ лепешечку. Если излѣбдуется антрацитъ или коксъ, то обыкновенно прочныхъ лепешечекъ получить не удастся, и приходится ихъ сжигать или въ видѣ порошка, или же запертывать въ восковую бумагу, вѣсъ и теплота горѣнія которой конечно должны быть заранее опредѣлены. (Жидкость наливаютъ прямо въ чашечку). Затѣмъ на точныхъ вѣсахъ взвѣшиваютъ лепешечку и помѣщаютъ ее въ чашечку *g*. Послѣ этого отрѣзаютъ 5 сантиметровъ хлопчатобумажной нити, служащей для зажиганія лепешечки, и, завѣсивъ, привязываютъ ее къ тонкой платиновой проволоцѣ такъ, чтобы концы нити лежали на лепешечкѣ. Наливъ въ бомбу нѣкоторое (точно измѣренное) количество воды, ее свинчиваютъ и наполняютъ сжатымъ кислородомъ до тѣхъ поръ, пока давленіе не достигнетъ 20 атмосферъ. Затѣмъ бомбу помѣщаютъ въ калориметръ, наполненный точно отвѣшеннымъ количествомъ воды ¹⁾. Количество воды, наливаемой въ калориметръ, стараются подогнать такъ, что она вѣсъ вмѣстѣ съ водянымъ числомъ металлическихъ частей прибора выражался бы какимъ-либо круглымъ числомъ, что значительно упрощаетъ дальнѣйшія вычисленія. Положимъ, на примѣръ, водяное число металлическихъ частей прибора 376,6, въ бомбу налита 10½ к. в. воды, тогда въ калориметръ наливаютъ 2313,4 и получаютъ водяное значеніе всего прибора 2700 гр. Соединивъ бомбу съ бат-

¹⁾ Температура воды калориметра должна быть приблизительно на 1° ниже комнатной.

тареей, но еще не пуская тока, ее помещают въ калориметръ, который, въ свою очередь ставятъ внутри второго большаго сосуда съ двойными стѣнками (см. выше), затѣмъ помещаютъ въ калориметръ термометръ. Калориметръ закрываютъ крышками и приводятъ мѣшалку въ движеніе. Черезъ 5 минутъ послѣ того, какъ мѣшалка приведена въ движеніе, начинаются наблюденія. Отсчеты температуры производятъ черезъ каждую минуту и ихъ дѣлятъ на 3 періода: начальный, главный и конечный. Начальный періодъ продолжается обыкновенно шесть минутъ, послѣ чего замыкаютъ токъ, который тотчасъ же, какъ только вещество загорѣлось, размыкаютъ. Съ момента замыканія тока начинается главный періодъ, который продолжается до выравниванія температуры (3 минуты). Послѣ этого идетъ конечный періодъ (6 минутъ). Такимъ образомъ опытъ закаливается въ четверть часа.

Изъ отсчетовъ вычисляютъ поправку на охлажденіе.

Вычисленіе это производится слѣд. образомъ. Въ журналѣ опыта записано:

		Начальный періодъ градусы.	Разность.			Главный періодъ градусы.
Минута 1	τ_1	15,779	} 0,001	Минута 6	θ_1	15,787
2	τ_2	15,780		7	θ_2	18,300
3	τ_3	15,782	0,002	8	θ_3	18,547
4	τ_4	15,783	0,001	9	θ_4	18,548
5	τ_5	15,785	0,002	10	θ_n	18,545
6	τ_{n1}	15,787	0,002			

		Конечный періодъ градусы.	Разность.
Минута 10	τ'_1	18,545	} 0,004
11	τ'_2	18,541	
12	τ'_3	18,536	0,005
13	τ'_4	18,532	0,004
14	τ'_5	18,528	0,004
15	τ'_{n2}	18,524	0,004

Та наивысшая температура, которая была наблюдаема въ этомъ опытѣ, зависитъ отъ теплоты, выдѣлявшейся при горѣннн вещества, и отъ охлажденнн въслдствнн лученнпусканн прибора; она, конечно, будетъ меньше той температуры, которая наблюдалась бы, если бы охлажденн черезъ лученнпусканн не было. Поэтому къ наблюдаемой высшей температурѣ мы должны прибавить нѣкоторую величину (поправку) и найти, такимъ образомъ, истинное повышение температуры.

Изъ данныхъ опыта поправку вычисляють по формуламъ:

$$\Sigma \Delta t = n V' + \frac{V + V'}{2}$$

$$V = \frac{\tau_{n_1} - \tau_1}{n_1 - 1} \quad V' = \frac{\tau'_{n_2} - \tau'_1}{n_2 - 1}$$

(n_1 — число отсчетовъ начального періода, n_2 — число отсчетовъ конечнаго періода, n — число отсчетовъ главнаго періода).

Повышенн температуры берется со знакомъ минуса, а пониженн съ плюсомъ.

Подставивъ въ формулы соответственныя величины, имѣемъ

$$V = - 0,0016$$

$$V' = + 0,0042$$

$$n = 3$$

$$\Sigma \Delta \tau = 3,0,0042 + \left(\frac{- 0,0016 + 0,0042}{2} \right)$$

$$\Sigma \Delta \tau = 0,00126 + 0,0013$$

$$\Sigma \Delta \tau = 0,0139^{\circ}$$

Эту поправку прибавляють къ наблюдаемому повышенн температуры, которое находятъ, вычитая изъ температуры, наблюдаемой въ послднюю минуту главнаго періода, температуру послдней минуты начального періода.

Наблюдаемое повышение температуры

$$18,545 - 15,787 = 2,758^{\circ}$$

$$\text{Поправка на охлажденн} = 0,0139$$

$$\text{Исправленное повышение температуры} = 2,7719^{\circ}$$

Умноживъ исправленное такимъ образомъ повышение температуры на водное значенн всего аппарата, найдемъ то количество тепла, кото-

рое выдѣлилось отъ горѣнія взятой навѣски вещества вмѣстѣ съ запа-ломъ и образованія азотной кислоты. Чтобы получить теплоту горѣнія топлива, изъ этой величины нужно отнять теплоту горѣнія запала и теплоту образованія азотной кислоты. Кроме того, такъ какъ изъ сѣры, бывшей въ топливѣ, образовалась разбавленная сѣрная кислота, нужно ее перечислить на газообразный сѣрнистый ангидридъ, а затѣмъ принять во вниманіе, что вода, образовавшаяся при горѣніи, сгустилась въ бомбѣ въ жидкую воду. Итакъ, нужно ввести въ найденную теплоту горѣнія четыре поправки, которыя опредѣляются такимъ образомъ:

1) Поправка на зажиганіе. Теплота горѣнія зажигательнаго шнура должна быть опредѣлена заранее отдѣльнымъ опытомъ. Положимъ, что она равняется 3987 калорій на 1 граммъ, и при сожиганіи топлива мы истратили 5 сантиметровъ, вѣсомъ 0,005 гр.,—тогда поправка будетъ 19,9 кал. Въмѣсто хлопчатобумажной нити при зажиганіи можно пользоваться желѣзной проволокой, употребляемой при производствѣ искусственныхъ цвѣтовъ, теплота горѣнія которой на 1 гр. равна 1601 кал. 10 сантиметровъ такой (тончайшей) проволоки вѣсятъ около 0,01 гр.

2) Поправка на образованіе азотной и сѣрной кислоты.

Когда опытъ съ бомбой оконченъ, то выпускаютъ оставшіеся въ бомбѣ газы, осторожно отвинчивая вентиль *d*, послѣ чего отвинчиваютъ гайку *C*. Находящійся въ бомбѣ растворъ кислотъ переливаютъ въ стаканъ и тщательно ополаскиваютъ внутренность бомбы дистиллированной водой. Въ водѣ находится угольный ангидридъ, сѣрная и азотная кислоты. Нагрѣвъ растворъ, удаляютъ такимъ образомъ угольный ангидридъ, а сѣрную и азотную кислоты опредѣляютъ титрованіемъ, для чего необходимы слѣд. три раствора: 1) $\frac{1}{10}$ норм. ѣдкаго барія, 2) $\frac{1}{10}$ норм. соляной кислоты, 3) растворъ соды 3,706 гр. Na_2CO_3 въ литрѣ. Послѣдній растворъ готовится указанной концентрации для удобства вычисленія. Дѣло въ томъ, что при образованіи азотной кислоты (въ растворѣ) выдѣляется на грам-молекулу ея ($HNO_3 = 63$) 14,3 большихъ калорій, что составитъ на 1 гр.

$$HNO_3 \frac{14,3 \times 1000}{63} = 227 \text{ мал. кал., или 1 калорія выдѣляется при образо-}$$

ваніи 0,004405 гр. HNO_3 . Для нейтрализаціи 0,00445 гр. азотной кислоты требуется 0,003706 гр. соды. Такимъ образомъ, если мы приготовимъ растворъ, содержащій 3,706 гр. соды въ литрѣ, то на 1 к. с. этого раствора будетъ итти 0,004405 гр. азотной кислоты, что будетъ отвѣчать выдѣленію тепла, равному одной калоріи.

Приготовленные, какъ указано выше, растворы будутъ находиться другъ къ другу въ слѣдующихъ отношеніяхъ:

10 к. с. $\frac{1}{10}$ норм. соляной кислоты = 10 к. с. $\frac{1}{10}$ норм. баритовой воды = 14,3 к. с. раствора соды.

Растворъ, вылитый изъ бомбы и нагрѣтый для удаленія угольнаго ангидрида, титруютъ ѣдкимъ баритомъ (индикаторъ—фенолфталеинъ); при этомъ получается сѣрнокислый и азотнокислый барій. Затѣмъ прибавляютъ 20 — 30 куб. сант. раствора соды и оставляютъ на нѣкоторое время стоять. Углекислый натрій переводитъ азотнокислый барій въ углекислую соль, нерастворимую въ водѣ, а сѣрнокислый барій остается безъ измѣненія. Послѣ этого жидкость фильтруютъ, и въ фильтратѣ опредѣляютъ избытокъ прибавленной соды титрованіемъ соляной кислотой (индикаторъ—метилоранжъ). Въ виду того, что переходъ отъ желтаго цвѣта къ красному улавливается трудно, чѣмъ обратный, лучше прибавить избытокъ соляной кислоты и обратно титровать содой.

Такъ какъ въ нѣкоторыхъ сортахъ каменныхъ углей иногда бываетъ довольно значительное количество поваренной соли, которая при сжиганіи можетъ дать соляную кислоту, то лучше опредѣлять количество сѣры вѣсовымъ путемъ. Въ такомъ случаѣ кислый водный растворъ, полученный при одномъ сжиганіи, титруютъ, какъ указано выше, а въ другомъ растворѣ, полученномъ при второмъ сжиганіи (обыкновенно дѣлаютъ два калориметрическихъ опредѣленія), осаждаютъ сѣрную кислоту хлористымъ баріемъ, какъ обыкновенно, при вѣсовомъ опредѣленіи.

Примѣръ.

Положимъ, что мы сожгли 1,0036 гр. угля. Для нейтрализаціи кислой жидкости потребовалось 23,3 к. с. ѣдкаго барита. Затѣмъ было прибавлено 20 к. с. соды, жидкость профильтрована, къ фильтрату прибавленъ избытокъ (7 к. с.) соляной кислоты, и на обратное титрованіе пошло еще 1,8 к. с. соды. Всего нами было прибавлено 21,8 к. с. соды; но не все это количество соды пошло на осажденіе азотнокислаго барія, а часть, отвѣчающая 7 к. с. соляной кислоты, осталась свободной, т. е. не использовано 10 к. с. соды. Итакъ, на осажденіе азотнокислаго барія пошло 21,8 — 10 = 11,8. Такъ какъ 1 к. с. раствора соды отвѣчаетъ такому количеству азотной кислоты, которое при своемъ образованіи выдѣляетъ 1 калорію, то, значитъ, въ нашемъ опытѣ влѣдствіе образованія азотной кислоты выдѣлилось 11,8 кал.

Далѣе, 11,8 к. с. соды эквивалентны 8,2 к. с. ѣдкаго барія (14,3 соды = 10 к. с. ѣдкаго барія). Потрачено было 23,3 к. с. ѣдкаго барія, изъ этого количества 8,2 к. с. пошли на нейтрализацію азотной кислоты, а остальное (23,3 — 8,2 = 15,1) на сѣрную. 1 к. с. баритовой воды отвѣчаетъ 0,0016 гр. сѣры, а 15,1 к. с. будутъ отвѣчать 0,02416 гр. сѣры, которая находилась въ 1,0036 гр. угля. Отсюда вычисляется содержаніе сѣры въ углѣ, равнымъ 2,41%.

Самую поправку на теплоту, выдѣлившуюся отъ образованія сѣрной кислоты, вычисляютъ такъ. Такъ какъ при сжиганіи топлива въ бомбѣ сѣры, бывшая въ углѣ, окислилась до сѣрнаго ангидрида, который въ присутствіи воды далъ разбавленную сѣрную кислоту, а въ топкахъ горѣніе сѣры будетъ идти главнымъ образомъ до сѣрнистаго ангидрида, то поправка будетъ слгаться изъ теплоты образованія сѣрной кислоты изъ сѣрнаго ангидрида и теплоты ея растворенія въ водѣ.

При образованіи сѣрной кислоты изъ сѣрнистаго ангидрида выдѣляется 54,4 больш. калоріи по уравненію:



На 1 гр. H_2SO_4 выдѣляется

$$\frac{54,4 \times 1000}{98} = 555,1 \text{ мал. кал.}$$

1 гр. сѣры дастъ 3,0625 гр. H_2SO_4 . Если въ углѣ находится 1% сѣры (въ 1 гр. угля—0,01 гр. S), то теплота образованія сѣрной кислоты изъ этой сѣры будетъ равна $555,1 \times 0,030625 = 17,0$ кал.

Теплота растворенія сѣрной кислоты въ водѣ вычисляется по уравненію.

$$W = \frac{17860 \cdot b}{98 \frac{b}{a} + 32,37},$$

гдѣ a —количество сѣрной кислоты въ граммахъ, b —количество воды. Если мы ввели въ бомбу 10 к. с. воды, и пренебрежемъ тѣмъ количествомъ воды, которое образовалось при горѣніи угля, то для 10% сѣры въ углѣ будемъ имѣть,

$$W = \frac{17860 \cdot 10}{98 \frac{10}{0,030625} + 32,37} = 5,57 \text{ кал.}$$

При небольшомъ содержаніи сѣры въ углѣ можно принять, что теплота растворенія сѣрной кислоты пропорціональна количеству ея, и тогда вся поправка на образованіе сѣрной кислоты для 1% сѣры будетъ равна 22,5 кал.

(17,0 кал.—теплота образованія + 5,5 кал.—тепл. растворенія).

3) Поправка на обращеніе паровъ воды въ жидкую воду. При калориметрическихъ опредѣленіяхъ въ бомбѣ гигроскопическая вода топлива и та вода, которая образовалась отъ горѣніи его во-

дорода, получается въ видѣ жидкой воды, между тѣмъ, при горѣніи топлива подъ паровыми котлами и въ большинствѣ другихъ случаевъ, весь водяной паръ, какъ образовавшійся на счетъ водорода топлива, такъ и на счетъ гигроскопической воды, уходитъ въ видѣ пара, а не въ видѣ жидкой воды.

Такъ какъ 3 вѣсовыхъ единицы водорода и 16 вѣсовыхъ единицъ кислорода даютъ 18 единицъ воды, то поправка выразится такимъ уравненіемъ:

$$\frac{9H + W}{100} \cdot 600,$$

гдѣ H — процентное содержаніе водорода въ топливѣ, W — процентъ гигроскопической воды, 600 — количество единицъ тепла, которое уносится въ трубу 1 килограммомъ воды, образовавшейся при горѣніи топлива.

Анализъ топочныхъ газовъ.

Анализъ топочныхъ газовъ имѣетъ большое значеніе для рѣшенія вопроса о томъ, сколько ли сгораетъ топливо, и не вводится ли значительный избытокъ воздуха. Рѣшеніе этихъ вопросовъ можетъ повести къ большому сбереженію топлива и къ лучшей утилизациі его теплотворной способности. Взятіе правильной пробы тутъ, какъ и въ другихъ случаяхъ, очень важно. Къ сожалѣнію, мы здѣсь встрѣчаемся съ непреодолимыми трудностями, ибо, можно сказать, каждую минуту составъ топочныхъ газовъ измѣняется. Такъ, Р. Финноръ приводитъ слѣдующій составъ топочныхъ газовъ изъ подъ парового котла.

	Черезъ 1 минуту послѣ забрасыванія новаго топлива.	Черезъ 12 минутъ послѣ забрасыванія топлива.
углеянаго ангидрида	13,5%	4,0%
окиси углерода	0	0
кислорода	5,5	16,5
азота	81,0	79,0
дымъ	былъ	нѣтъ

Поэтому, единичное изслѣдованіе не имѣетъ особенно большого значенія. Если желательно составить себѣ правильную картину относительно дѣйствія той или иной точки, то необходимо произвести цѣлый рядъ анализовъ, быстро слѣдующихъ одинъ за другимъ, такъ, чтобы анализы обнимали довольно значительный промежутокъ времени.

Для того, чтобы взять пробу топочныхъ газовъ, продѣлываютъ въ дымоходѣ отверстіе, въ которое вставляютъ на глиня или стеклянную, если температура газовъ въ этомъ мѣстѣ ниже 500—600°, или фарфоровую трубку, если газы очень горячи. Брать желѣзную трубку не слѣдуетъ, ибо желѣзо при сравнительно невысокой температурѣ вступаетъ во взаимодействіе съ газами: если газы содержатъ много кислорода, оно его поглощаетъ, а какъ только появятся газы, обладающіе восстановительнымъ характеромъ, желѣзо начинаетъ отдавать поглощенный кислородъ. Къ трубкѣ, помѣщенный въ дымоходъ при помощи каучуковаго рукава присоединяется какой-либо приборъ, который можетъ засасывать газъ изъ дымохода. Обыкновенно для этого пользуются каучуковымъ шаромъ, съ одного конца засасывающимъ, а съ другого нагнетающимъ.

Анализъ топочныхъ газовъ легко производится по Гемпелю, или при помощи аппарата Орса (см. анализъ свѣтильнаго, генераторнаго и др. газовъ).

Аппараты Гемпеля состоятъ изъ газовой бюретки и нѣсколькихъ газовыхъ пипетокъ. Двѣ стеклянные трубки *a* и *b* (рис. 6), соединенныя каучуковой трубкой и укрѣпленныя на тяжелыхъ ножкахъ, образуютъ бюретку. Трубка *b*, раздѣленная на кубическіе сантиметры, переходитъ въ верхнемъ концѣ въ толстостѣнную капиллярную трубочку, на которую также надѣтъ каучукъ, зашпировавшагося зажимомъ *f*. Поглотительная пипетка (рис. 7) состоитъ изъ 2 большихъ шаровъ *a* и *b*, соединенныхъ трубкой *d*; отъ шара *b* идетъ капиллярная толстостѣнная трубочка *e*. Шаръ *a*—емкостью около 100 к. с., шаръ *b*—150, такъ что, если въ *b* помѣтитъ 100 к. с. какого-либо газа, то останется еще около 50 к. с. пространства, которое можетъ быть заполнено какимъ-либо реактивомъ; *m*—фарфоровая пластинка, служащая для болѣе яснаго различенія границы жидкости, передвигающейся по капилляру. Въ томъ случаѣ, если реактивомъ, которымъ обрабатываютъ газъ при анализѣ, служитъ твердое вещество, то у пипетки вмѣсто шара *b* дѣлается цилиндрикъ съ тубусомъ, черезъ который въ пипетку можно помѣтить какое-либо твердое вещество (рис. 8).

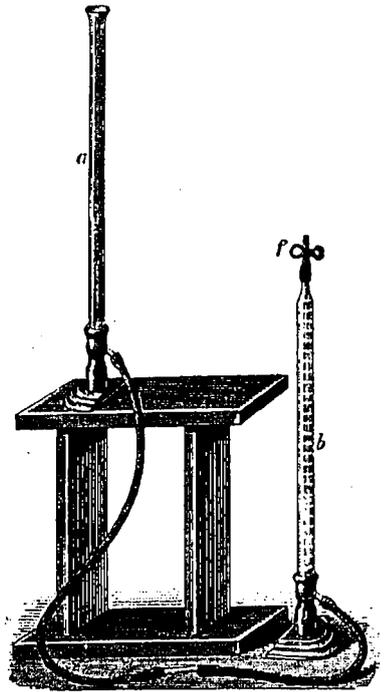


Рис. 6.

Анализъ газовъ по Гемпелю производится такъ. Открывши зажимъ бюретки, поднимаютъ лѣвой рукой трубку *a* до тѣхъ, пока нали-

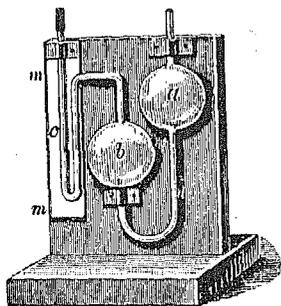


Рис. 7.

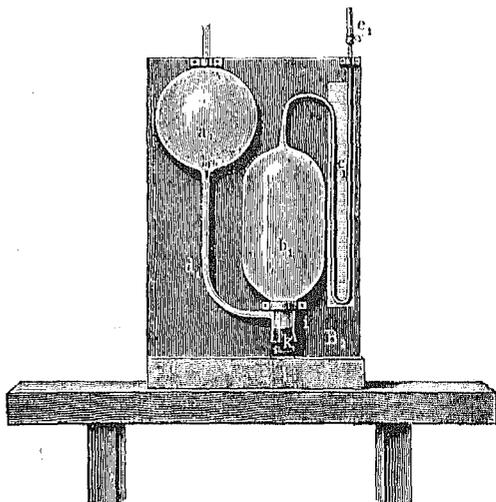


Рис. 8.

тая въ нее вода не заполнить всю трубку *b* и начать выливаться черезъ каучуковую трубку, надѣтую на верхній конецъ. Тогда верхній конецъ трубки *b* зажимаютъ зажимомъ. Затѣмъ при помощи каучука присоединяютъ бюретку къ трубкѣ, вмазанной въ дымоходъ и уже наполненной подлежащими исследованію газами, опускаютъ трубку *A* книзу и, открывъ зажимъ, засасываютъ изъ дымоходовъ газы въ бюретку. Газовъ при этомъ лучше забрать больше, чѣмъ 100 к. с. Когда бюретка наполнена газами, вновь закрываютъ зажимъ *f* и отдѣляютъ бюретку отъ дымохода. Прежде чѣмъ подвергнуть взятый газъ анализу, ждутъ нѣкоторое время, дабы онъ принялъ температуру окружающаго воздуха; кромѣ того, нужно отмѣрить точно 100 к. с. газа, а излишекъ выпустить изъ бюретки. Для этого поднимаютъ трубку *A* кверху до тѣхъ поръ, пока вода внутри трубки *B* не станетъ почти на нуль (немного ниже). Тогда зажимаютъ пальцемъ каучуковую трубку, соединяющую *A* и *B*, и на одно мгновеніе открываютъ зажимъ *f*. Избытокъ газа выйдетъ волъ изъ бюретки. Повторивъ это раза два, легко можно достигнуть того, что въ бюреткѣ останется ровно 100 к. с. газа, въ чемъ необходимо убѣдиться, поставивъ трубки *A* и *B* рядомъ такъ, чтобы вода въ нихъ стояла на одномъ уровнѣ.

Послѣ того, какъ такимъ образомъ отмѣренъ точно объемъ газа, приступаютъ къ его анализу. При анализѣ газа его приводятъ въ соприкосновеніе съ различными реактивами, налитыми въ пипетки. При этомъ въ зависимости отъ реактива происходитъ поглощеніе той или иной составной части газа.

Для переведенія газа изъ бюретки въ пипетку ихъ соединяють другъ съ другомъ при помощи стеклянной капиллярной трубки *E* (рис. 9), при чемъ пипетку ставятъ на подставку. Для того, чтобы къ изслѣдуемому газу не примѣшался воздухъ, капиллярную трубку *E* и каучукъ, налѣтый на конецъ бюретки, наполняютъ водою; для той же цѣли заполняютъ и у пипетки какъ тоненькую трубочку, такъ и соединенный съ ней нижній шаръ, реактивомъ, съ которымъ газъ долженъ быть приведенъ въ соприкосновеніе. Этому достигаютъ, вдывая ртомъ воздухъ въ широкую трубку пипетки, соединенную съ верхнимъ шаромъ. Послѣ этого пипетка при помощи каучука *i* присоединяется къ капиллярной трубкѣ *E*. Затѣмъ, открывъ зажимъ *f* и подливъ, какъ видно на рисункѣ, одну половину *B* бюретки, заставляютъ газъ переходить въ пипетку. Послѣ того какъ весь газъ переведенъ въ пипетку, перепускаютъ туда же изъ бюретки нѣкоторое количество воды,

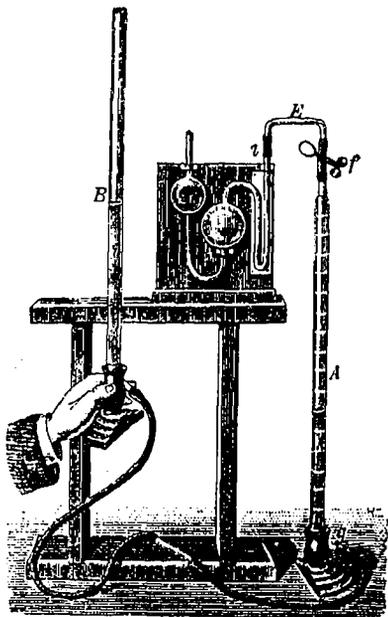


Рис. 9.

что дѣлается для того, чтобы часть газа не осталась въ капиллярѣ и каучукахъ, и запираютъ зажимъ *f*. Такимъ образомъ, газъ оказывается запертымъ съ двухъ сторонъ жидкостью: съ одной стороны—реактивомъ (поглотителемъ), съ другой стороны—водою. Для возможно болѣе быстрого поглощенія газа пипетку осторожно покачиваютъ. Черезъ нѣсколько минутъ переводятъ газъ обратно изъ пипетки въ бюретку, для чего опускаютъ часть *B* бюретки и открываютъ зажимъ *f*. Послѣ того какъ весь газъ перейдетъ въ бюретку, и поглотитель заполнить трубку *E*, запираютъ зажимъ *f*, приводятъ жидкость въ обоихъ колѣнахъ бюретки къ одному уровню и отсчитываютъ объемъ, занимаемый теперь газомъ. Для того, чтобы убѣдиться, что все, что могло поглотиться, поглощено, вновь газъ обрабатываютъ, какъ указано выше, поглотителемъ, и вновь измѣряютъ его объемъ. Если разницы между этими двумя отсчетами нѣтъ, то опытъ можно считать оконченнымъ. Разность между первоначальнымъ объемомъ и полученнымъ послѣ приведенія газа въ соприкосновеніе съ реактивомъ покажетъ количество поглощенного газа.

Точно такимъ же образомъ обрабатываютъ изслѣдуемый газъ вторымъ реактивомъ, третьимъ и т. д. Для каждаго реактива лучше имѣть особую пипетку.

Обыкновенно при анализѣ топочныхъ газовъ опредѣляютъ количество кислорода, углекислаго газа и окиси углерода, при чемъ газъ приводятъ прежде всего съ реактивомъ, поглощающимъ угольный ангидридъ, затѣмъ поглощаютъ кислородъ и, наконецъ, окись углерода.

Пипетку, назначенную для поглощенія углекислаго газа, наполняютъ растворомъ фдкого кали (1 ч. *KOH* на 2 ч. воды).

Окись углерода поглощаютъ или солянокислымъ, или амміачнымъ растворомъ полухлористой мѣди. Для полученія кислаго раствора 10 гр. продажной полухлористой мѣди, которая всегда содержитъ нѣкоторое количество хлорной мѣди, растворяютъ въ 250 к. с. крѣпкой соляной кислоты. Растворъ помѣщаютъ въ плотно закрывающуюся стеклянку, бросивъ туда предварительно кусокъ мѣдной сѣтки. Черезъ нѣкоторое время растворъ, если онъ вполнѣ уединенъ отъ воздуха, дѣлается почти совершенно безцвѣтнымъ. Жидкость, слитая съ осадка и обыкновенно окрашивающаяся при соприкосновеніи съ воздухомъ, служитъ для поглощенія окиси углерода. Амміачный растворъ полухлористой мѣди готовятъ такъ. Прозрачный кислый растворъ, приготовленный, какъ только что указано, выливаютъ въ 1½ литра воды. Тотчасъ же осѣдаетъ бѣлый осадокъ полухлористой мѣди. Черезъ 24 часа воду съ осадка сливаютъ, а осадокъ растворяютъ въ 250 к. с. амміака (уд. в. 0,91). Какъ этотъ, такъ и кислый растворъ при сохраненіи нужно защищать отъ соприкосновенія съ воздухомъ.

Поглощеніе окиси углерода этими растворителями идетъ медленно, и при употребленіи даже свѣжихъ растворовъ приходится газъ взбалтывать съ реактивомъ по крайней мѣрѣ 5 минутъ. Что же касается очень старыхъ растворовъ, уже поглотившихъ при прежнихъ опредѣленіяхъ значительное количество окиси углерода, то они иногда не только не поглощаютъ изъ газа новой окиси углерода, но даже отдають прежде ими поглощенную, вслѣдствіе чего иногда замѣчается не уменьшеніе объема газа, а увеличеніе. Амміачный растворъ, впрочемъ, подобнымъ свойствомъ не обладаетъ. Вообще, нужно сказать, что опредѣленіе окиси углерода по поглощенію ея не совѣмъ точно.

Для поглощенія кислорода можно пользоваться или щелочнымъ растворомъ пирогалловой кислоты (20 гр. пирогалловой кислоты растворяютъ въ 509 к. с. фдкого кали 1 : 2. Поглощеніе оканчивается приблизительно черезъ 5 минутъ), или фосфоромъ. Этотъ послѣдній способъ очень удобенъ, и разъ заряженная пипетка служитъ долго. Фосфоръ, отлитый въ въ тоненькія палочки¹⁾ помѣщаютъ въ пипетку (см. рис. 8), сполна на-

¹⁾ Для полученія такихъ тоненькихъ палочекъ, фосфоръ расплавляютъ въ стаканѣ подъ водой и при помощи каучуковаго шара засасываютъ его въ сте-

газа, кислорода, метана и тяжелых углеводородовъ. Кроме того, для свѣтллагаго газа опредѣляютъ еще удѣльный вѣсъ и свѣтительную способность.

Опредѣленіе состава газа обыкновенно производятъ или по Гемпелю (см. анализъ точныхъ газовъ), или при помощи аппарата Ореа, измѣненнаго Лунге (рис. 10). Бюретка *a*, служащая для измѣренія газа, помѣщена въ трубку, наполненную водой, вѣдствие чего на объемъ газа меньше вліяютъ измѣненія температуры окружающаго воздуха. Нижняя часть бюретки раздѣлена на десятые доли кубическаго сантиметра. Бю-

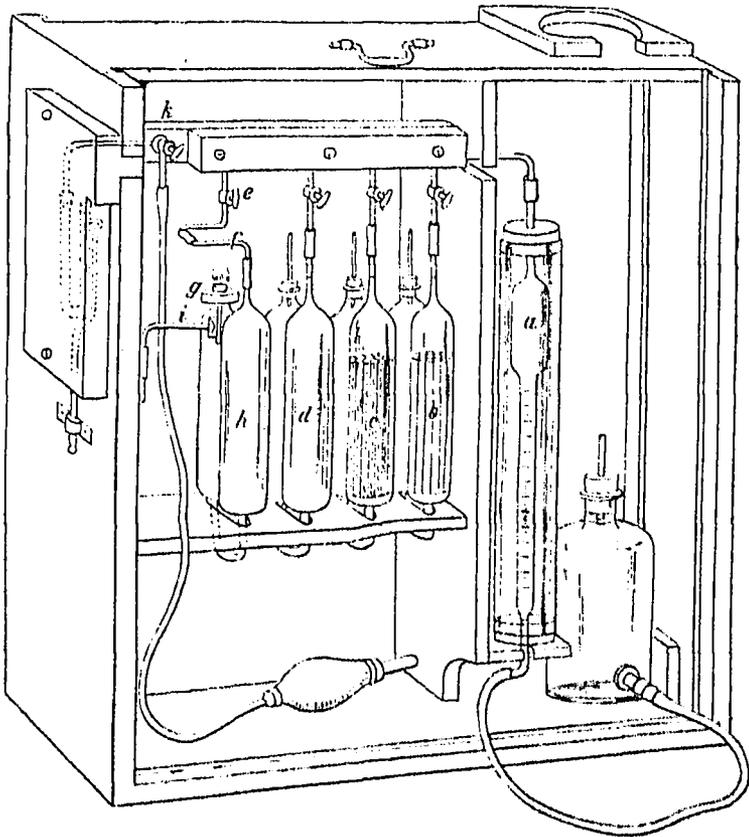


Рис. 10.

ретка внизу при помощи каучуковой трубки соединена со стеклянной, съ тубусомъ внизу. Эта стеклянка, наполненная до половины водой, служитъ для переведенія газа изъ бюретоки въ поглотительныя шипетки и наоборотъ, а также для приведенія газа къ атмосферному давленію. Отъ бюретки вверху отходитъ толстостѣнная капиллярная трубка, которая при помощи отростковъ и крановъ можетъ соединить бюретку съ любымъ поглотительнымъ сосудомъ (на рис. 10 такихъ сосудовъ четыре *b*, *c*, *d*, *h*),

или через *U*-образную трубку (обозначенную пунктиромъ), набитую ватой для задержанія пыли или сажи, съ трубкой, забирающей газъ для изслѣдованія.

Поглотительные сосуды *b*, *c* и *d* наполняются тѣмъ или инымъ поглотителемъ въ зависимости отъ того, какія составныя части газа желательнo опредѣлять. Пипетка же *h* вмѣстѣ съ колѣнчатой капиллярной трубочкой *f*, набитой палладіевымъ асбестомъ служитъ для опредѣленія водорода и наполняется водою.

Работа съ этимъ аппаратомъ ведется такъ. Установивъ сообщеніе бюретки съ воздухомъ черезъ трехходовой кранъ *K*, поднимаютъ сосудъ съ тубусомъ кверху, влѣдствіе чего бюретка *a* наполняется водою. Тогда, закрывъ кранъ *K* и открывъ одинъ изъ крановъ, ведущихъ къ пипеткѣ, опускаютъ сосудъ съ тубусомъ книзу, отчего поглотитель поднимется въ томъ колѣнѣ пипетки, которая соединена съ краномъ. Какъ только поглотитель дойдетъ до черты, кранъ запираютъ. Такъ поступаютъ и съ другими поглотительными сосудами. Особенное вниманіе при этомъ нужно обращать на то, чтобы *краны были хорошо смазаны вазелиномъ, и чтобы при засасываніи поглотителя онъ не попадалъ въ кранъ*. Если же, благодаря недосмотру, это произошло, необходимо тщательно обтереть кранъ бумагой и вновь смазать его вазелиномъ, въ противномъ случаѣ кранъ можетъ такъ прилипнуть, что, при попыткахъ его открыть, онъ сломается. Когда поглотители во всѣхъ сосудахъ доведены до черты, приступаютъ къ взятію образца газа, для чего прежде всего бюретку наполняютъ водою до 0 такъ, какъ указано выше; затѣмъ, присоединивъ *U*-образную трубку къ газопроводу и установивъ сообщеніе при помощи трехходового крана *K* между высасывающей каучуковой грушей и газопроводомъ, начинаютъ просасывать газъ черезъ *U*-образную трубку. Минуты черезъ 2—3 воздухъ въ послѣдней будетъ замѣненъ газомъ. Тогда кранъ *K* ставятъ такъ, чтобы было сообщеніе между бюреткой и газопроводомъ, и, опустивъ сосудъ съ тубусомъ книзу, набираютъ въ бюретку ровно 100 к. с. газа. Затѣмъ при помощи того же крана *K* совершенно уединяютъ приборъ отъ груши и газопровода. Теперь приступаютъ къ самому анализу, который выполняется такъ же, какъ и по Гемпелю (см. анализъ точныхъ газовъ). Положимъ, что мы желаемъ опредѣлить количество CO_2 . Для этого мы, открывъ проходной кранъ пипетки *b*, наполненной растворомъ ѣдкого кали, и поднявъ сосудъ съ тубусомъ, переводимъ весь газъ въ пипетку и оставляемъ его въ соприкосновеніи со щелочью минуты 2. (Для облегченія поглощенія часто увеличиваютъ поглощающую поверхность, помѣщая въ поглотительные сосуды стеклянныя трубочки). Послѣ того какъ углекислый газъ поглотился ѣдкой щелочью, опускаемъ сосудъ съ тубусомъ книзу, переводимъ такимъ образомъ оставшійся газъ

въ бюретку и объемъ его измѣряемъ. Разность между этимъ отсчетомъ и прежнимъ дастъ количество углекислаго газа. Для поглощенія кислорода пользуются щелочнымъ растворомъ пирогалловой кислоты или фосфоромъ, для окиси углерода—щелочнымъ или кислымъ растворомъ полухлористой мѣди (см. анализъ топочныхъ газовъ), а для тяжелыхъ углеводородовъ—бромной водою (или дымящей сѣрной кислотой). При этомъ поглощаются этиленъ и другіе непредѣльные углеводороды и бензолъ. Для удаленія паровъ брома (или SO_2) необходимо обработать газъ ѣдкой щелочью, для чего его передъ измѣреніемъ переводятъ въ шпестку со щелочью.

Для опредѣленія водорода поступаютъ такъ. Послѣ того какъ изъ газа удалены CO_2 , CO и тяжелые углеводороды, черезъ край K (отнявъ каучукъ) засасываютъ въ бюретку опредѣленное количество воздуха или кислорода. Если газа осталось очень много и, значитъ, воздуха можно прибавить къ нему только небольшое количество, слѣдуетъ часть газа выпустить вонъ черезъ край K . Затѣмъ, подогреваютъ трубочку f настолько, чтобы безъ ожога можно было на мигновеніе къ ней прикоснуться пальцемъ и, открывъ край e , медленно перепускаютъ смѣсь газа съ воздухомъ (или кислородомъ) въ сосудъ h , при чемъ палладіевый асбестъ накаливается. Послѣ того, какъ весь газъ переведенъ въ h , его обратно такъ же медленно переводятъ въ бюретку. Для полного сжиганія водорода это перепусканіе иногда приходится повторить раза 2—3, и, во всякомъ случаѣ, необходимо произвести еще опытъ на полноту сгоранія водорода, прибавивъ еще нѣкоторое количество воздуха.

Вычисленіе результата опредѣленія водорода производится слѣд. образомъ. Положимъ, что для анализа было взято 100 к. с. газа, и, послѣ поглощенія CO_2 , CO и тяжелыхъ углеводородовъ, его осталось 85 к. с. Часть газа выпущена вонъ, а для опредѣленія водорода взято 22,2 к. с.; къ этому газу прибавлено 47,8 к. с. воздуха, газъ сожженъ при помощи палладіева асбеста, и послѣ сожженія остатокъ былъ равенъ 51 к. с. Такимъ образомъ, сжатіе равно 19 к. с.

$$22,2 + 47,8 = 70; 70 - 51 = 19.$$

Это сжатіе наблюдено для 22,2 к. с. газа, а для всего оно равно

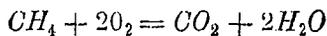
$$(22,2 : 19 = 85 : x); x = 72,8.$$

Двѣ трети этого объема были заняты водородомъ, откуда количество водорода $72,8 \times \frac{2}{3} = 48,5$ к. с., т. е. 48,5 процента.

Если палладіевый асбестъ былъ накаленъ не сильно, то опасатся сгоранія метана нѣтъ основанія.

Въ томъ случаѣ, когда желательнo опредѣлить количество метана въ газѣ, то приходится пользоваться усложненнымъ аппаратомъ, напр. приборомъ Фибера, въ которомъ находится пипетка для взрыва метана въ кислородѣ.

Если этого прибора не имѣется, то можно для опредѣленія метана воспользоваться пипеткой Гемпеля (см. анализъ топочныхъ газовъ), у которой въ шарѣ, соединенный съ капиллярной трубкой, впаяны платиновыя проволоочки, отстоящія другъ отъ друга внутри шара на 1—2 мм. Проволочки эти снаружи имѣютъ ушки для соединенія ихъ со спиралью Румкорфа. Газъ, изъ котораго уже удалены все его составныя части, кромѣ метана и азота (т. е. остатокъ отъ опредѣленія водорода), переводятъ въ такую пипетку, прибавляютъ къ нему опредѣленное количество воздуха или кислорода и производятъ взрывъ метана, пропустивъ между платиновыми проволочками искру. Для того, чтобы давленіе, развивающееся при взрывѣ, не сорвало каучукъ съ пипетки, вся ея капиллярная трубка должна быть наполнена водой. Оставшійся послѣ взрыва газъ переводятъ въ пипетку съ ѣдкой щелочью для поглощенія образовавшейся углекислоты и измѣряютъ. Вычисленіе производятъ такъ. Положимъ, что объемъ смѣси изслѣдуемаго газа съ воздухомъ или кислородомъ былъ A , послѣ взрыва и поглощенія угольнаго ангидрида объемъ остатка сдѣлался равнымъ B , тогда уменьшеніе объема будетъ равно $A - B = C$. Это уменьшеніе объема произошло отъ того, что поглотившій угольный ангидридъ и сгустилась вода, которые образовались изъ метана при его сжиганіи по уравненію:



1 объемъ. 2 объема.

Какъ видно изъ уравненія, послѣ сжиганія метана и поглощенія продуктовъ горѣнія исчезаетъ въ 3 раза большее количество газа сравнительно съ объемомъ метана, бывшаго въ изслѣдуемомъ газѣ. Для того, чтобы узнать количество метана, нужно величину C раздѣлить на 3.

Въ нѣкоторыхъ случаяхъ, именно, когда на 100 объемовъ негорючихъ газовъ приходится менѣе 26 объемовъ горючихъ ($CH_4 + O$), взрыва можетъ не произойти. Тогда приходится къ сжигаемой смѣси прибавить нѣкоторое количество гремучаго газа ($2H_2 + O_2$).

Въ виду того, что при неосторожномъ сильномъ нагрѣваніи палладіеваго асбеста при опредѣленіи водорода можетъ сгорѣть часть и метанъ, иногда эти два вещества опредѣляютъ сразу. Тогда поступаютъ слѣдующимъ образомъ: 15—16 к. с. газа, оставшагося послѣ поглощенія окиси углерода, переводятъ въ только что описанную пипетку Гемпеля, приспособленную для взрыва. Къ этому газу прибавляютъ изъ бюретки.

точно отмеренное (100 к. с.) количество воздуха (т. е. 20,9 к. с. кислорода) и, перемишав газы взбалтываніемъ, пропускаютъ между платиновыми проволоками искру. Послеъ взрыва безъ предварительнаго отсчета перегоняютъ газъ въ шплетку съ жидкимъ кали и потомъ измѣряютъ въ бюреткѣ. Разность между прежнимъ объемомъ смѣси съ воздухомъ и теперь отсчитаннымъ даетъ величину сжатія (V_c). Затѣмъ опредѣляютъ неизрасходованный кислородъ посредствомъ фосфора или щелочнаго раствора пирогалловой кислоты. Если вычесть найденный такимъ образомъ избытокъ кислорода изъ прибавленнаго количества его (20,9 к. с.), то получится количество кислорода, которое затрачено на сожженіе (V_o). Полагая объемъ водорода равнымъ x , объемъ металла— y , имѣемъ два уравненія:

$$V_c = \frac{3}{2}x + 3y \text{ и } V_o = \frac{1}{2}x + 2y,$$

откуда

$$x = \frac{4}{3}V_c - 2V_o, \quad y = V_o - \frac{1}{3}V_c.$$

Полученныя такимъ образомъ числовыя данныя перечисляютъ на весь остатокъ газа и тогда получаютъ процентное содержаніе водорода и метана въ газѣ.

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса.

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса газа основано на томъ, что удѣльные вѣса двухъ газовъ относятся другъ къ другу, какъ квадраты временъ, въ теченіе которыхъ равные объемы этихъ газовъ при одинаковыхъ условіяхъ температуры и давленія вытекаютъ изъ одинаковыхъ отверстій. Въ техникѣ удѣльный вѣсъ газа обыкновенно опредѣляютъ по отношенію къ воздуху. Если время истеченія какого-либо объема воздуха равно l , а время истеченія такого же объема газа g , то удѣльный вѣсъ газа $= \frac{g^2}{l^2}$.

Рис. 11 представляетъ приборъ, при помощи котораго въ техникѣ обыкновенно опредѣляютъ удѣльный вѣсъ газа. Въ стеклянномъ стаканѣ A при помощи оправы r подвѣшенъ стеклянный же цилиндръ B безъ дна и термометръ t . Цилиндръ B не доходитъ со дна стакана A . На оправѣ r укрѣплены 2 трубки a и b съ кранами. Край b имѣетъ два хода: его можно поставить такъ, что газъ изъ цилиндра пойдетъ или черезъ приличивающуюся головку b , или черезъ боковой отростокъ. Въ головкѣ c находится горизонтальная платиновая пластинка съ очень маленькимъ отверстіемъ, которое дѣлаютъ такъ: тонкой иглой пробиваютъ дырочку въ пластинкѣ, а потомъ эту дырочку заковываютъ на наковальнѣ. Для за-

щиты этой пластинки от пыли на головку *C* надѣваютъ, когда аппаратъ стоитъ безъ употребленія, колпачекъ.

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса ведутъ слѣдующимъ образомъ. Закрывши краны такъ, чтобы воздухъ не могъ выйти изъ цилиндра, наливаютъ въ стаканъ *A* воды комнатной температуры. Температуру замѣчаютъ по термометру *t*. Затѣмъ, ставятъ кранъ *b* такъ, чтобы воздухъ выходилъ изъ отверстія головки *c*, и наблюдаютъ моментъ, когда менискъ воды, подымаясь по цилиндру *B*, коснется мѣтки *m*. Въ этотъ моментъ пускаютъ въ ходъ секундомѣръ и ждутъ, пока менискъ не коснется верхней мѣтки *n*, когда секундомѣръ останавливаютъ. Такимъ образомъ, по секундомѣру опредѣляютъ время истеченія того объема воздуха, который находился въ цилиндрѣ между *m* и *n*. Послѣ этого соединяютъ при помощи каучуковаго рукава трубку *a* съ резервуаромъ, содержащимъ исследуемый газъ, и заставляютъ его въ теченіе 2 минутъ проходить черезъ отростокъ трубки *b*, для чего имѣющійся на ней край поворачиваютъ соотвѣтствующимъ образомъ; при этомъ оставшійся въ цилиндрѣ воздухъ вытѣсняется газомъ. Для болѣе полной замѣны воздуха газомъ удобно поступать такъ: кранъ *b* совершенно закрываютъ, кранъ *a* открываютъ и осторожно поднимаютъ вверхъ цилиндръ *B*, вслѣдствіе чего газъ будетъ въ него засасываться. Когда цилиндръ наполненъ газомъ, закрываютъ кранъ *a*, открываютъ *b*, цилиндръ опускаютъ и выгоняютъ газъ изъ цилиндра черезъ отростокъ *b*. Повторивъ это поднятіе и опусканіе раза 3, вполне вытѣсняютъ изъ цилиндра оставшійся воздухъ и замѣняютъ его газомъ. Тогда вновь засасываютъ въ цилиндръ газъ и, дождавшись, когда вода въ стаканѣ *A* успокоится, опредѣляютъ время истеченія газа совершенно такъ же, какъ это было сдѣлано для воздуха. Лучше опредѣленія эти какъ для воздуха, такъ и для газа сдѣлать два раза и считать ихъ согласными только въ томъ случаѣ, если они не будутъ отличаться другъ отъ друга болѣе, чѣмъ на 0,2 секунды. По окончаніи опыта вновь замѣчаютъ температуру, которая должна остаться безъ измѣненія.

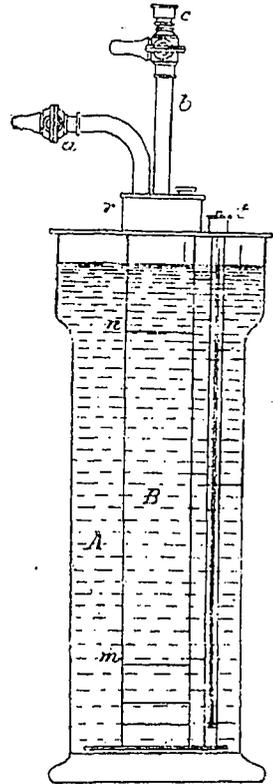


Рис. 11.

Въ виду того, что скорости истеченія какъ для воздуха, такъ и для газа были опредѣлены при одинаковыхъ условіяхъ (насыщеніе водяными

парами, температура, давленіе), удѣльный вѣсъ прямо безъ всякихъ поправокъ вычисляется по данной выше формулѣ.

Опредѣленіе свѣтопроизводительной способности.

Въ виду того, что въ послѣднее время при газовомъ освѣщеніи пользуются газокалильными горѣлками Ауэра, сила свѣта которыхъ зависитъ главнымъ образомъ отъ температуры пламени, для сужденія о достоинствѣ газа, какъ освѣтительнаго матеріала, имѣеть болѣе значеніе опредѣленіе его теплотворной способности, чѣмъ свѣтопроизводительной. Тѣмъ не менѣе и въ настоящее время послѣднюю часто приходится опредѣлять, такъ какъ въ договорахъ, которые заключаютъ газовые заводы съ городами, гарантируется опредѣленная минимальная свѣтопроизводительная способность газа, т. е. для полученія свѣта опредѣленной силы должно сгорать въ 1 часъ не болѣе опредѣленнаго количества кубическихъ футовъ газа.

Опредѣленіе свѣтопроизводительной способности основано на сравненіи степени освѣщенія двухъ плоскостей, изъ которыхъ одна освѣщается изслѣдуемымъ пламенемъ, а другая какимъ-либо другимъ пламенемъ, принимаемымъ за единицу. Такъ какъ глазъ не въ состояніи опредѣлить, во сколько разъ одна плоскость освѣщена сильнѣе другой, то измѣняютъ разстоянія (a и b) плоскостей отъ источниковъ свѣта (A и B) до тѣхъ поръ, пока освѣщеніе плоскостей не сдѣлается одинаковымъ. Тогда для сужденія о свѣтопроизводительной способности можно воспользоваться закономъ, что силы свѣта этихъ двухъ источниковъ свѣта, A и B , относятся другъ къ другу, какъ квадраты разстояній ихъ отъ освѣщаемыхъ ими плоскостей, т. е. $A : B = a^2 : b^2$.

При этихъ опредѣленіяхъ за единицу свѣта принимается свѣтъ или спермацевтной свѣчи, сжигающей 120 гранъ (7,77 грамма) въ часъ спермацета при высотѣ пламени 44,5 мм. (Англія), или парафинной свѣчи, высота пламени которой 50 мм. и діаметръ 2 ст. Свѣтильня ея состоитъ изъ опредѣленнаго числа нитей, изъ которыхъ одна красная (Германія). Въ настоящее время обыкновенно пользуются въ качествѣ единицы для сравненія лампой Гейфера-Альтенека, въ которой сжигается самый чистый уксуспоаммиловый эфиръ. Лампа эта даетъ точно опредѣленной силы свѣтъ тогда, когда она горитъ „въ спокойномъ чистомъ атмосферномъ воздухѣ, пламя ея свободно и подымается отъ массивной, напитанной уксуспоаммиловымъ эфиромъ свѣтильни, находящейся въ нейзильберовой трубкѣ, діаметромъ 8 мм. внутри и 8,3 мм. снаружи, и высотой 25 мм. Пламя должно имѣть въ вышину 40 мм. по крайней мѣрѣ

черезъ 10 минутъ послѣ зажигания. Вышій видъ лампы представленъ на рис. 12. Высота пламени устанавливается вращеніемъ зубчатки *r*, и опредѣляется при помощи приспособленія *g*, гдѣ на матовомъ стеклѣ на шкалѣ получается уменьшенное обратное изображеніе пламени. Сила свѣта лампы Гефнера-Альтенека (*HK*) находится въ такомъ отношеніи къ нѣмецкой (*VK*) и англійской свѣчѣ:

$$1(HK) = 0,826(VK) = 0,877$$

англійск.

Для опредѣленія силы освѣщенія служитъ фотометръ Люмера и Бродхуна (рис. 13). Онъ состоитъ изъ коробки *L*, въ которой находится совершенно непрозрачная бѣлая пластинка *p*, освѣщаемая съ двухъ сторонъ источниками свѣта *L*_I и *L*_{II} (рис. 14). Свѣтъ, отраженный одной стороной пластинки, отбрасывается зеркаломъ *f* на стеклянную призму *A*, другая же

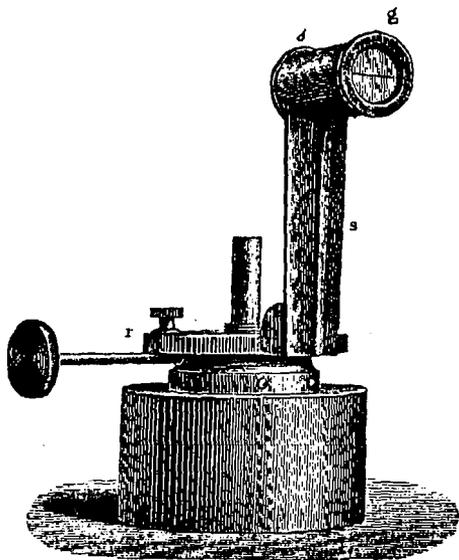


Рис. 12.

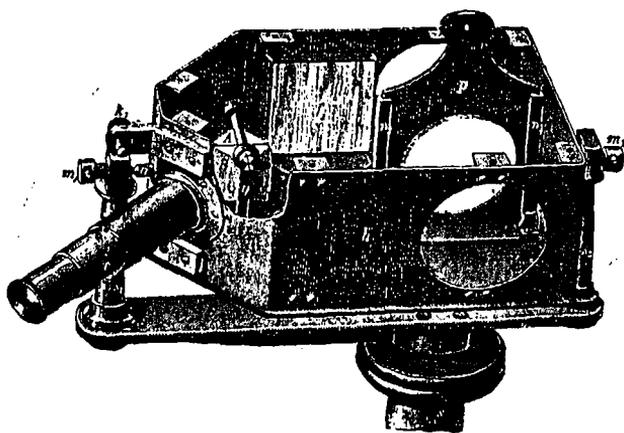


Рис. 13.

сторона, при помощи зеркала *f*, посылаетъ лучи свѣта на призму *B*. Призма *A* имѣетъ одну сторону (въ разрывѣ отвѣчающую гипотенузѣ) отшлифованную по шаровой поверхности за исключеніемъ небольшой пло-

кости, которой она соприкасается съ призмой B . Предположимъ, что свѣтъ посылается только изъ одного источника L_1 , тогда лучи его освѣщаютъ только правую сторону пластинки p . Лучи, отраженные отъ этой пластинки и зеркала f_1 , попадутъ на призму B и, дойдя до плоскости

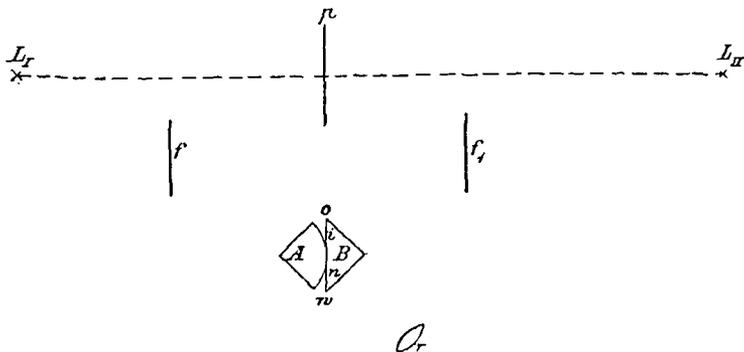


Рис. 14.

Ow , отразятся отъ нея и попадутъ въ глаза наблюдателя въ r . Но не все лучи претерпятъ отраженіе отъ плоскости Ow , часть лучей, которая попадетъ на пространство in , гдѣ обѣ призмы, прикасаясь плотно другъ къ другу, составляютъ какъ бы одно цѣлое, пройдетъ въ призму A и не достигнетъ глаза наблюдателя. Вслѣдствіе этого наблюдатель увидитъ свѣтлое кольцо, внутри котораго будетъ находиться темное пятно. Если же свѣтъ будетъ идти только отъ L_1 , то до наблюдателя дойдутъ только тѣ лучи, которые упадутъ на поверхность in , и тогда будетъ видно свѣтлое пятно на темномъ фонѣ. При одинаковомъ освѣщеніи пластинки p съ двухъ сторонъ никакой разницы въ освѣщеніи центральной части и краевъ не будетъ. Такого именно положенія фотометра на фотометрической скамьѣ и стараются достигнуть. Такъ какъ этотъ фотометръ даетъ вполне точныя показанія только въ томъ случаѣ, когда оба зеркала и обѣ призмы имѣютъ вполне одинаковыя свойства, чего достигнуть невозможно, то обыкновенно дѣлаютъ 2 опредѣленія, поворачивая фотометръ на оси S , то одной стороною къ источнику свѣта L_1 , то другой.

Сравниваемые источники свѣта и фотометръ устанавливаются на фотометрической скамьѣ (рис. 15) длиной 2,5 метра. На скамьѣ по ея концамъ неподвижно укрѣплены съ одной стороны лампа Гейнера, съ другой—ислѣдуемый источникъ свѣта, фотометръ же помѣщается на тѣлѣжку, которая на колесикахъ можетъ передвигаться по скамьѣ. Тѣлѣжка имѣетъ указатель, по которому опредѣляется положеніе фотометра между источниками свѣта.

Относительно горѣлки, въ которой слѣдуетъ сжигать газъ при опредѣленіи его свѣтопроизводительной способности, существуютъ разногласія.

Последнее время чаще всего употребляют Аррандовую горѣлку Эльстера съ цилиндрическимъ стекломъ въ 210 мм. высотой, фабрики Шотта, и сжигаютъ въ ней 150 литровъ газа въ 1 часъ. Во всякомъ случаѣ, при опытѣ необходимо измѣрять количество сгорающаго газа при помощи точныхъ газовыхъ часовъ (Эльстера) и газъ предварительно пропускать черезъ регуляторъ давленія.

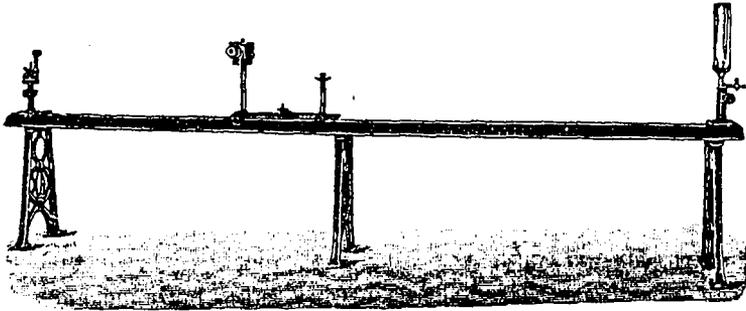


Рис. 15.

Помѣщеніе, въ которомъ производится опредѣленіе свѣтопроизводительной способности, должно быть внутри окрошено черной матовой краской и совершенно не пропускать извѣстнаго свѣта. Оно должно быть достаточно велико для того, чтобы не уменьшалась яркость пламени отъ образующейся въ большомъ количествѣ при опытѣ углекислоты.

Самое опредѣленіе ведутъ такъ. Зажигаютъ лампу Гефнера и направляютъ ея пламя такъ, какъ указано выше, потомъ зажигаютъ газъ и передвигаютъ фотометръ по скамьѣ до тѣхъ поръ, пока поле зрѣнія не сдѣлается равномерно освѣщеннымъ. Тогда по шкалѣ, находящейся на скамьѣ, опредѣляютъ разстояніе фотометра отъ источниковъ свѣта и, принявъ во вниманіе, что силы свѣта двухъ источниковъ свѣта относятся другъ къ другу, какъ квадраты разстояній ихъ отъ освѣщаемыхъ ими плоскостей, вычисляютъ ихъ относительную свѣтопроизводительную силу. Иногда опредѣленіе это ведутъ нѣсколько иначе: фотометръ ставится на среднюю скамью, передвигаютъ же одинъ изъ источниковъ свѣта до тѣхъ поръ, пока поле зрѣнія не сдѣлается равномерно освѣщеннымъ. Затѣмъ, прямо по шкалѣ читаютъ относительную силу источниковъ свѣта (на шкалѣ обычно помѣщены цифры, выражающія квадраты разстояній источниковъ свѣта отъ средней скамьи. При опредѣленіяхъ силы свѣта слѣдуетъ сдѣлать рядъ отсчетовъ и затѣмъ взять среднее.

Опредѣленіе теплотворной способности газа.

Теплотворную способность газа можно вычислить (приблизительно) на основаніи его химическаго состава. Для этого нужно умножить цифры,

показывающія содержаніе въ единицѣ объема отдѣльныхъ составныхъ частей его, на теплоту горѣнія этихъ составныхъ частей; сложивъ полученные произведенія, найдемъ теплотворную способность газа. Такъ какъ теплота сгаранія углеводородовъ можетъ быть опредѣлена или при условіи, что образовавшаяся при горѣнии вода остается въ видѣ пара, или, что она обращается въ жидкую воду, то теплоты горѣнія углеводородовъ могутъ быть выражены двумя рядами чиселъ; въ зависимости отъ этого и теплотворная способность газа можетъ быть выражена также двумя величинами. Если для теплоты горѣнія углеводородовъ допускается, что вода остается въ видѣ пара, то полученная такимъ образомъ теплотворная способность носитъ названіе „нижней“ или „практической“ (unterer oder praktischer Heizwert), въ противномъ случаѣ она называется „высшей“ (oberer). Что же касается угольного ангидрида и азота, которые могутъ быть въ изслѣдуемомъ газѣ, то, такъ какъ они не участвуютъ въ горѣнии, ихъ не принимаютъ въ расчетъ. Такъ какъ обыкновенно при газовомъ анализѣ этиленъ и бензолъ опредѣляютъ вмѣстѣ (такъ наз. „тяжелые“ углеводороды C_nH_m), то при вычисленіи теплотворной способности газа для этихъ „тяжелыхъ“ углеводородовъ принимаютъ величину 16600.

Положимъ, мы имѣемъ газъ слѣдующаго состава въ единицѣ объема: водорода (H_2)—0,49, метана (CH_4)—0,34, окиси углерода (CO)—0,08, этилена (C_2H_4)—0,04, бензола (C_6H_6)—0,01, угольного ангидрида (CO_2)—0,02 и азота (N_2)—0,02; теплоты горѣнія этихъ составныхъ частей равны:

	Теплота горѣнія 1 к. м.	
	жидкая вода	парообразная
H_2	3052	2570
CH_4	9527	8562
CO	3034	3034
C_2H_4	14903	13939
C_6H_6	34423	32531

Теплотворная способность такого газа будетъ равна:

$$\text{Для высшей } 0,49 \times 3052 + 0,34 \times 9527 + 0,08 \times 3034 + 0,04 \times 14903 + 0,01 \times 34423 = 5917.$$

$$\text{Для нижней } 0,49 \times 2570 + 0,34 \times 8562 + 0,08 \times 3034 + 0,04 \times 13939 + 0,01 \times 32531 = 5296.$$

Въ послѣднее время, благодаря изобрѣтенію Юнкеромъ особаго калориметра (рис. 16), опредѣленіе теплотворной способности газовъ не представляетъ почти никакихъ затрудненій, только при изслѣдованіи газовъ, теплотворная способность которыхъ очень мала (меньше 900), приходится, для легкости производства анализа, примѣшивать къ такому газу нѣкоторое количество свѣтильнаго газа (опредѣливъ, конечно, предварительно для послѣдняго его теплотворную способность) и изслѣдованіе производить съ полученной такимъ образомъ смѣсью.

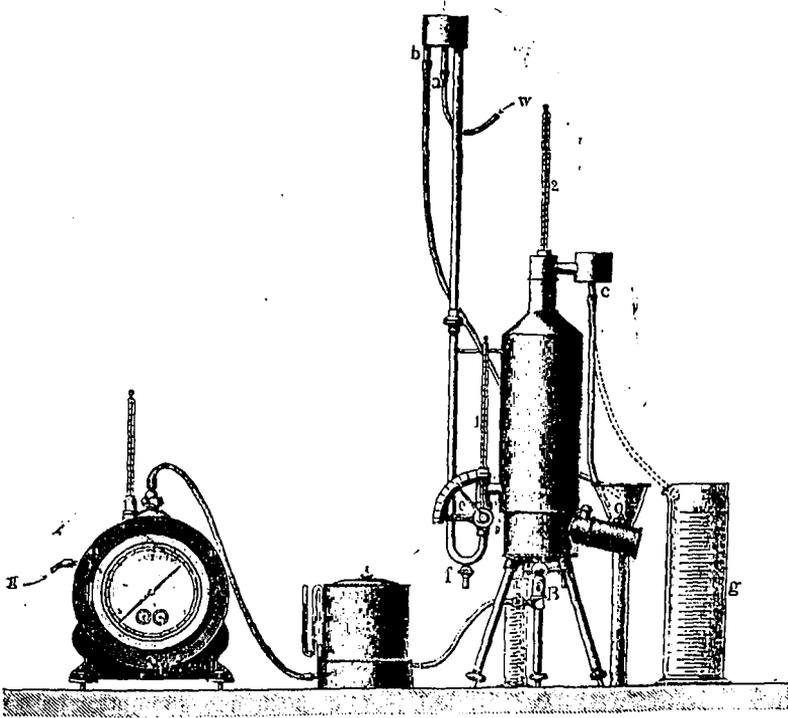


Рис. 16.

Опредѣленіе теплотворной способности газа въ калориметръ Юнкера ведется такъ. Газъ зажигаютъ въ горѣльцѣ (27) (рис. 17) и помѣщаютъ последнюю внутрь калориметра не меньше, какъ на 15 ст. Продукты горѣнія газа идутъ по трубкамъ, омываемымъ водою изъ водопровода. Температура притекающей воды опредѣляется термометромъ (1) (рис. 17). Вода, нагрѣтая продуктами горѣнія, уходитъ при с, и ея температура опредѣляется термометромъ (2).

Вскорѣ послѣ начала горѣнія можно замѣтить, что температура уходящей воды достигла нѣкоторой опредѣленной величины и остается постоянной. Притокъ воды изъ водопровода регулируютъ такъ, чтобы тем-

температура отходящей воды была больше температуры притекающей градусовъ на 10—15°. Такъ какъ опредѣленіе теплотворной способности газа въ калориметръ Юнкера основано на измѣреніи количества воды нагрѣтой до *опредѣленной* температуры *опредѣленнымъ* количествомъ газа, то для того, чтобы температура отходящей воды была все время опыта опредѣленной (постоянной), вода въ калориметръ поступаетъ не прямо

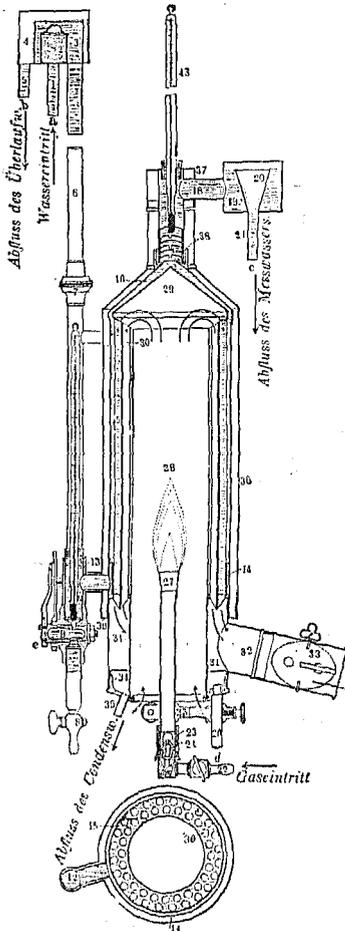


Рис. 17.

изъ водопровода, а проходить черезъ регуляторъ, въ который она попадаетъ по трубкѣ *a*, и изъ котораго выходитъ въ калориметръ по трубкѣ (*з*). Такъ какъ этотъ регуляторъ дѣйствуетъ правильно только тогда, когда въ него втекаетъ воды больше, чѣмъ требуется, то избытокъ воды отводится въ сточныя трубы у *b*. Для достиженія постоянства количества старающаго газа между газовыми часами и калориметромъ помѣщается регуляторъ давленія *R*.

Когда калориметръ началъ работать правильно, т. е. температура притекающей и уходящей воды остается болѣе или менѣе постоянной, и изъ *d* (35) правильно капаетъ вода, образовавшаяся въ слѣдствіе сжаранія газа, начинается самое опредѣленіе. Для этого, замѣтивъ показаніе газовыхъ часовъ, перебрасываютъ быстро каучуковую трубку *l* (по ней раньше вода изъ калориметра уходила въ сточныя трубы) въ измѣрительный цилиндръ *g* (емкостью въ 10 литровъ и, представляющій сосудъ для собиранія конденсирующей (капающей изъ *d*) воды. Въ это же время замѣчаютъ температуру

притекающей и уходящей воды. Когда газовый счетчикъ покажетъ, что сгорѣлъ 1 литръ газа, вновь замѣчаютъ температуру воды, и этотъ отсчетъ температуръ повторяютъ послѣ сжаранія каждаго литра газа до тѣхъ поръ, пока не будетъ сожжено 10 литровъ. Тогда прекращаютъ собираніе воды и приступаютъ къ вычисленію теплотворной способности газа.

Положимъ, мы имѣемъ слѣдующія данныя. Сгорѣло 10 литровъ газа, воды черезъ калориметръ, прошло 5198 к. с., барометрическое давленіе

во время опыта 750 мм., температура газа (по термометру, помещенному въ газовыхъ часахъ) 20°.

Наблюдения температуры воды

притекающей	уходящей
8,9°	19,0°
8,9°	18,9°
8,8°	18,9°
8,9°	18,7°
8,8°	18,8°
8,8°	18,9°
8,9°	18,8°
9,0°	19,1
8,9	19,1
9,0	19,3
среднее 8,89° = τ	18,95° = T

разница T - τ = 10,06°

Теплотворная способность будетъ равна

$$\frac{5,198 \cdot 10,06 \cdot 1000}{10} = 5229.$$

Такъ какъ при этомъ вычисленіи мы учли и то тепло, которое выдѣляется при обращеніи въ воду водяного пара, образовавшагося при горѣніи, то найденная нами величина 5229 cal. будетъ высшей теплотворной способностью. Если же мы желаемъ опредѣлить истинную, то для этого изъ найденной нами величины мы должны вычесть то тепло, которое было бы унесено водой, оставшейся въ видѣ пара. Для этого измѣряемъ количество сконденсированнаго воды. Положимъ, оно равно 9 к. с. Тогда изъ 5229 вычитаемъ $9 \times 60 = 540$ cal. и находимъ, что истинная теплотворная способность равна 4689. Найденныя нами цифры показываютъ, какое количество тепла можетъ дать 1 куб. метръ газа, измѣреннаго при 750 мм. давленія и при температурѣ 20°. Путемъ простыхъ вычисленій можно перейти и къ теплотворной способности 1 к. метра газа, измѣреннаго при нормальныхъ условіяхъ (см. стр. 57), и тогда найдемъ, что высшая теплотворная способность будетъ равна 5825 cal. а истинная 5224 cal.

Составъ (по объему) некоторыхъ горючихъ естественныхъ и искусственныхъ газовъ
(„типичный“ по Case).

	Естествен- ный газъ.	Светильный газъ изъ каменнаго угля.	Водяной газъ.	Нефтяной газъ.	Карбу- рированный водяной.	Генераторный газъ			Доменный газъ.
						изъ антрацита	изъ битуми- нозныхъ углей	изъ кокса	
Водородъ H_2 . .	3,0	46,0	48,0	32,0	40,0	20,0	10,0	10,0	1,0
Метанъ CH_4 . .	92,0	40,0	2,0	48,0	25,0	—	3,0	—	—
Этиленъ C_2H_4 . .	3,0	5,0	—	16,5	8,5	—	0,5	—	—
Окись углер. CO	—	6,0	38,0	—	19,0	25,0	23,0	20,0	27,5
Угольный ангид- ридъ CO_2 . .	—	0,5	6,0	—	3,0	5,0	5,0	4,5	11,5
Азотъ N_2 . . .	2,0	2,0	5,5	3,0	4,0	40,5	58,0	56,0	60,0
Кислородъ . . .	—	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	—

Теплотворная способность, определенная при помощи калориметра, нѣкоторыхъ сортовъ топлива.

1 килограммъ	дерева воздушносухого	2900
" "	дерево (отнесено къ беззолному и сухому веществу)	3500
" "	торфъ	3500
" "	торфъ (беззолное, сухое вещество)	5000
" "	древесный уголь	7000
" "	торфяной уголь	6500
" "	бурый уголь (30% воды)	3500
" "	бурый уголь богемскій	4500
" "	длиннопламенный каменный уголь (беззолное)	8200—8300
" "	жирный каменный уголь (беззолное)	8500—9300
" "	жирный короткопламенный каменный уголь (беззолное)	9300—9600
" "	антрацитъ	8000—8500
" "	коксъ	9200—9500
" "	нефть	10000—11000
" "	нефтяные остатки	9500—11000
" "	бензинъ	11000
" "	спиртъ	5000
1 куб. метръ	свѣтильнаго каменноугольнаго газа	5000
" " "	водянаго газа	2400—2600
" " "	генераторнаго газа	1000—1200
" " "	доменнаго	около 800.

Цементы.

Цементы при одинаковомъ вѣдѣннѣ видѣ часто бываютъ очень различнаго качества въ зависимости отъ элементарнаго состава, мелкоети измола, и способа хранения. Затѣмъ нужно имѣть въ виду, что цементы очень часто фальсифицируются различными посторонними веществами, понижающими ихъ достоинство.

Такъ какъ цементъ употребляется для построекъ, то самымъ важнымъ свойствомъ затвердѣвшаго цемента является его прочность — главнымъ образомъ сопротивленіе раздавливанію. Въ виду того, что при испытаніи цементовъ на раздавливаніе необходимы сложные, громоздкіе аппараты, часто определеніе сопротивленія раздавливанію замѣняютъ болѣе удобнымъ определеніемъ сопротивленія разрыву, по которому можно судить о сопротивленіи раздавливанію. Кроме этого, для

прочности постройки имѣть большое значеніе постоянство объема застывшаго раствора, такъ какъ необходимо, чтобы цементъ, положенный на мѣсто, не сталъ современемъ пучиться. Въ виду того, что чѣмъ тоньше помоль, т. е. чѣмъ мельче частицы цемента, тѣмъ болѣе тѣсно онѣ будутъ прилегать другъ къ другу и къ зернамъ песка, и тѣмъ прочнѣе будетъ вся постройка, необходимымъ является опредѣленіе мелкости цемента. Далѣе опредѣляютъ время застыванія цемента и его удѣльный вѣсъ. Время застыванія даетъ возможность рѣшить, къ какой категоріи принадлежитъ цементъ, къ быстро-твердѣющимъ или медленно-твердѣющимъ, что важно знать при работахъ съ цементомъ, а удѣльный вѣсъ отличаетъ романскіе цементы отъ португальскихъ.

Опредѣленіе мелкости цемента.

Опредѣленіе мелкости цемента (крупности помола) производится просѣиваніемъ 100 гр. цемента черезъ сита и взвѣшиваніемъ той его части, которая осталась на ситѣ. По „Техническимъ условіямъ пріемки португальскихъ цементовъ“ Министерства Путей Сообщенія отъ удовлетворительнаго португальскаго цемента требуется, чтобы на ситѣ въ 900 отверстій на 1 квадратномъ сантиметрѣ (толщина проволоки, изъ которой соткано сито, — 0,1 мм.) оставалось не болѣе 16% взятаго цемента, и чтобы черезъ сито въ 4900 отверстій на 1 кв. сантим. (толщ. пров. 0,05 мм.) проходило не менѣе 50% всего цемента.

Мелкость португальскаго цемента при затвореніи безъ прибавленія песка считается не столь важной, какъ при затвореніи его съ пескомъ. Если цементъ не достаточно мелокъ, то нельзя дѣлать постройки на смѣси изъ 250—300 килогр. цемента на 1 куб. метръ песка, а необходимо брать цемента большее количество.

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса.

Удѣльный вѣсъ можно опредѣлить при помощи пикнометра, на практикѣ же обыкновенно для этого употребляютъ волюминومترъ (объемомѣръ) Шумана (рис. 18). Онъ состоитъ изъ стекляннаго сосуда съ горлышкомъ, въ которое вшлифована длинная стеклянная трубка, раздѣленная на кубическіе сантиметры отъ 0 до 40 к. с. Самое опредѣленіе ведутъ такъ. Наполняютъ сосудъ черезъ трубку съ дѣвленіями скипидаромъ, бензиномъ или лигроиномъ на столько, чтобы уровень жидкости стоялъ немного выше 0, и затѣмъ всыпаютъ въ сосудъ малыми порціями 100 гр. цемента, все время осторожно постукивая по аппарату для того, чтобы трубка не закупорилась. Послѣ внесенія цемента, минуты черезъ 3, замѣчаютъ положеніе уровня жидкости. Положимъ, что въ началѣ жид-

кость стояла на 1,8 к. с., а потомъ, послѣ прибавленія 100 гр. цемента, на 33,4 к. с. Разность между этими двумя отсчетами ($33,4 - 1,8 = 31,6$) и указываетъ на объемъ, занимаемый 100 гр. цемента; отсюда удѣльный вѣсъ $= 100 : 31,6 = 3,16$.

Удѣльный вѣсъ порландскаго цемента по требованіямъ Мин. Пут. Сообщ. долженъ быть не ниже 3,05 (по высушиваніи при 100°), для романскаго (просушеннаго при 120°) 2,6—3,0.

Определеніе сопротивленія разрыву.

Такъ какъ цементы употребляются при постройкахъ часто въ смѣси съ пескомъ, то они испытываются на прочность въ чистомъ видѣ и въ смѣси съ пескомъ.

Испытаніе начинается съ приготовленія изъ цемента и воды тѣста „нормальной“ густоты. Различные цементы для полученія тѣста одинаковой густоты требуютъ разное количество воды; поэтому при испытаніяхъ приходится всякій разъ эмпирически находить то количество воды, которое сообщаетъ данному цементу извѣстную степень густоты. Степень густоты опредѣляется при помощи иглы Вика (рис. 19). Приборъ этотъ состоитъ изъ статива со шкалой. Въ стативѣ можетъ свободно падать стальной стержень, при чемъ указатель, придѣланный къ нему, движется въ прорѣзѣ шкалы и, слѣдовательно, даетъ возможность видѣть, на сколько дѣлений опустился стержень. Подъ стержнемъ на стеклянной пластинкѣ помѣщается кольцо, высотой 4 ст., диаметромъ 8 ст., которое наполняютъ цементнымъ тѣстомъ. Къ нижнему концу стержня можно прикрѣпить при помощи винта или цилиндрикъ диаметромъ 1 сант., или иглу. Стержень вмѣстѣ съ этимъ цилиндрикомъ долженъ вѣсить 330 гр. „Нормальной“ густотой считается такая, при которой стержень, падающій на тѣсто съ 40-го дѣленія, доходитъ только до 6-го (допускается $5\frac{1}{2}$ и $6\frac{1}{2}$).

Для приготовленія нормальнаго тѣста берутъ 400 гр. цемента, прибавляютъ воды отъ 96 до 124 к. с. и перемѣшиваютъ въ теченіе 5 минутъ. Затѣмъ накладываютъ его въ кольцо и заставляютъ



Рис. 18.

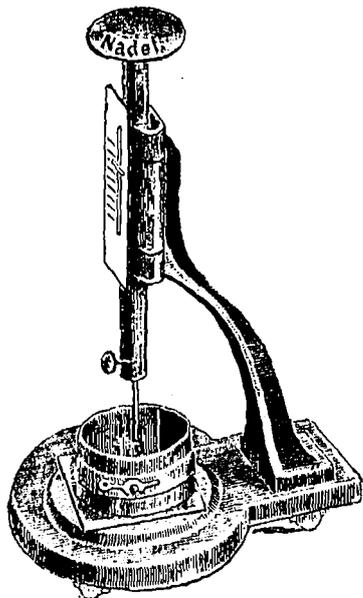


Рис. 19.

на него падать стержень съ цилиндромъ. Если тѣсто не удовлетворяетъ вышеуказаннымъ условіямъ, то готовятъ новое тѣсто, увеличивъ или уменьшивъ количество воды. Быстро схватывающіе цементы затворяются большимъ количествомъ воды, тѣмъ медленно схватывающіе. Количество воды вообще должно быть таково, чтобъ смѣсь при набивкѣ въ кольцо обнаруживала нѣкоторую пластичность и выступленіе воды на поверхности.

Послѣ того, какъ испытуемое тѣсто оказалось нормальнымъ, его употребляютъ для опредѣленія быстроты схватыванія. Для этого изъ стержня вынимаютъ цилиндръ и замѣняютъ его иглой цилиндрической формы съ сѣченіемъ въ 1 кв. мм. Общій вѣсъ стержня съ иглой 300 гр. Началомъ схватыванія считается тотъ моментъ, когда игла, прошивъ тѣсто подъ дѣйствіемъ своей тяжести, не дойдетъ въ теченіе 1 мин. только на $\frac{1}{2}$ мм. до дна сосуда, содержащаго тѣсто, при чемъ указатель остановится между 0 и 1. Послѣ того, какъ опредѣлено начало схватыванія, продолжаютъ такія же пробы съ иглой 1 мм, подводя всякій разъ новое мѣсто, до тѣхъ поръ, пока игла будетъ погружаться только на $\frac{1}{2}$ мм. въ теченіе 1 минуты: это—конецъ схватыванія.

Предварительное испытаніе можно произвести и просто надъ лепешкой въ 1 сант. толщиной, приготовленной на стеклѣ. Конецъ схватыванія опредѣляется, какъ моментъ, когда ноготь не оставляетъ слѣда при легкомъ нажатіи, а легкое треніе поверхности не вызываетъ на ней влаги.

Начало схватыванія для порландскаго цемента должно наступать не раньше 15 минутъ, считая съ момента прибавленія воды къ цементу, а конецъ схватыванія не раньше одного часа и не позже 12 часовъ. Романскій цементъ считается быстро твердѣющимъ, когда начало схватыванія у него наступаетъ раньше 7 минутъ по прибавленіи воды; медленно твердѣющій романскій цементъ начинаетъ схватываться позже 15 минутъ по затвореніи. Смѣшивать съ водой быстро твердѣющій романскій цементъ слѣдуетъ 1 минуту, медленно твердѣющій 3 минуты.

О опредѣленіе постоянства объема производится такъ. На „нормальнаго“ тѣста готовятъ на стеклянной или желѣзной пластинкѣ лепешку, діаметромъ 8—10 ст. и толщиной по срединѣ 1 ст. Послѣ 24 часовъ лежанія на воздухѣ ее погружаютъ въ воду, гдѣ и оставляютъ ее на 27 дней. Въ это время не должно появиться на ней ни покривленій, ни трещинъ у краевъ въ радіальномъ направленіи; при этомъ трещины въ видѣ концентрическихъ круговъ въ расчетъ не берутся. Это такъ называемая проба на пребываніе въ водѣ.

По другому способу поступаютъ такъ. Приготовленную, какъ указано выше, лепешку послѣ схватыванія помещаютъ въ воздушную баню,

гдѣ и держать ее при 120° полтора часа. Послѣ нагрѣвшія она не должна обнаруживать ни искривленій, ни трещинокъ по краямъ. Такія требованія представляются къ порландъ-цементу.

По „Временнымъ правиламъ приемки и испытанія романъ-цементовъ“ М. П. С. лепешку изъ „нормальнаго тѣста“ вѣсомъ 50 гр., діаметромъ 7 сант., помѣщаютъ на стеклѣ, покрытомъ листами влажной пропускной бумаги, и оставляютъ въ такомъ видѣ на 2 сутокъ на воздухѣ; затѣмъ ее помѣщаютъ въ воздушную баню при температурѣ 120° не менѣе, какъ на 2 часа, потомъ вновь оставляютъ 2 сутокъ на воздухѣ, и, наконецъ, кладутъ на 28 сутокъ въ воду. Трещины, образовавшіяся въ центрѣ лепешки въ расчетъ не принимаются.

Испытаніе на постоянство объема является однимъ изъ наиболѣе важныхъ: цементъ, который обладаетъ способностью измѣнять свой объемъ (вспучиваться), не годенъ для построекъ, потому что кладка, сдѣланная на такомъ цементѣ, разрушается сама собой.

Вспучиваніе цемента можетъ быть вызвано известью, которая сильно увеличиваетъ свой объемъ, соединяясь съ водой. Известь можетъ оказаться въ цементѣ или отъ того, что сырые матеріалы были взяты не въ томъ количествѣ, какъ бы слѣдовало, или они были не достаточно тѣсно смѣшаны между собой вследствие, напр., грубости помола, или, наконецъ, отъ того, что температура, до которой нагрѣвались эти сырые матеріалы при обжигѣ, была низка.

Второй причиной вспучиванія цемента можетъ быть присутствіе магнезій. Почему магнезія, если ея больше 4%, вызываетъ вспучиваніе, въ точности не извѣстно. Нѣкоторые полагаютъ, что и тутъ имѣетъ мѣсто гидратация окиси магнія съ образованіемъ очень объемистаго гидрата окиси.

Затѣмъ, сѣрнокислый кальцій можетъ вызывать вспучиваніе, во первыхъ по тому, что, прямо соединяясь съ водой, даетъ гипсъ, $CaSO_4 \cdot 2H_2O$, и во вторыхъ, по тому, что цементъ можетъ дать съ нимъ двойное соединеніе $3CaO \cdot Al_2O_3 + 3CaSO_4 + 12H_2O$, образованіе котораго сопровождается большимъ измѣненіемъ объема. Только что указанное двойное соединеніе получается не только въ томъ случаѣ, когда въ самомъ цементѣ находится готовый сѣрнокислый кальцій, но и тогда, когда цементъ подвергается дѣйствию сѣрной кислоты или даже растворимыхъ сѣрнокислыхъ солей, напр., морской воды.

Наконецъ, вспучиваніе можетъ быть вызвано неравномерностью и крупностью помола.

Испытаніе на разрывъ.

Для испытанія на разрывъ готовятъ образцы изъ тѣста нормальной густоты, тщательно перемѣшаннаго въ теченіе 5 минутъ. Тѣсто наклады-

ваютъ съ излишкомъ въ 6 металлическихъ формъ, которыя лежатъ на мраморной доскѣ, покрытой влажной пропускной бумагой. Формы состоятъ изъ 2-хъ половинокъ, соединенныхъ между собою шарниромъ; онѣ передъ наполненіемъ цементнымъ тѣстомъ должны быть вычищены и смазаны масломъ. Вылитое въ форму тѣсто застываетъ въ видѣ плитокъ (рис. 20), похожихъ на цифру 8, съ перехватомъ по серединѣ; по этому перехвату, имѣющему сѣченіе въ 5 кв. сантиметровъ, производится потомъ разрывъ. Для того, чтобы изъ тѣста выгнать пузырьки воздуха, благодаря присутствію которыхъ понижается у цемента сопротивленіе разрыву, даютъ мраморной доскѣ, на которой лежатъ формы, мелкіе толчки объ столѣ. Послеъ этого срѣзаютъ пожемы излишекъ тѣста съ формъ. Образцы оставляютъ въ формахъ во влажномъ пространствѣ отъ 15 до 24 часовъ, вообще до тѣхъ поръ, пока они не затвердѣютъ. Черезъ сутки послеъ приготовления раствора образцы, вынутые изъ формъ, кладутся въ воду, гдѣ и остаются до испытанія. Вода, въ которой лежатъ образцы, мѣняется черезъ недѣлю.

Измѣреніе сопротивленія разрыву обыкновенно производится при помощи аппарата Михаэлиса (рис. 21). Онъ состоитъ изъ комбинаціи двухъ

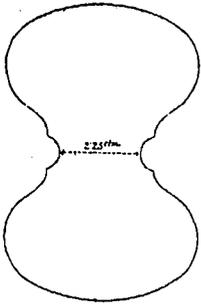


Рис. 20.

рычаговъ *a* и *b*, — одного (*a*) первого рода, другого (*b*) второго рода, такъ расположенныхъ, что давленіе на длинное плечо одного изъ нихъ увеличивается въ 50 разъ на одномъ изъ плечъ другого рычага. Эти рычаги расположены горизонтально одинъ надъ другимъ; точками опоры и приложенія силы на рычагахъ служатъ острія трехъгранныхъ призмъ, прикрѣпленныхъ къ рычагамъ. Верхній рычагъ *a*, болѣе длинный, чѣмъ нижній, имѣетъ отношеніе длины плечъ 10:1; у нижняго *b* отношеніе длины плечъ 5:1.

Прежде всего устанавливаютъ рычагъ *a* такъ, что 3 острія его призмъ находятся на одной горизонтальной линіи; это положеніе обозначается на аппаратѣ особой замѣткой, достигается же оно перемѣщеніемъ на рычагѣ груза *k*. Затѣмъ къ длинному плечу рычага *a* подвѣшиваютъ ведро *e*, а между 2 вилками *d* и *e*, находящимися подъ короткимъ плечемъ нижняго рычага, въ вертикальномъ положеніи помещается плитка цемента. Нижняя вилка *e* прикрѣплена винтомъ *f* къ подложкѣ аппарата, а верхняя *d* виситъ на нижнемъ рычагѣ. Посредствомъ винта *f* плитка ставится такъ, что рычагъ *a* приходитъ въ первоначальное, совершенно горизонтальное положеніе. Рядомъ съ ведромъ ставится сосудъ *g*, наполненный дробью. Когда заслонка у отверстия этого сосуда открыта, дробь сыплется равномерно со скоростью 150 гр. въ 1 сек. изъ сосуда *g* въ ведро. Такимъ образомъ постепенно нарастаетъ давленіе на длинное плечо рычага *a*

и, наконецъ, достигаетъ такой силы, что цементная плитка разрывается, а заслонка закрываетъ отверстие, черезъ которое сыплется дробь. Чтобы узнать давленіе, отъ котораго разорвалась плитка, ведро съ находящеюся

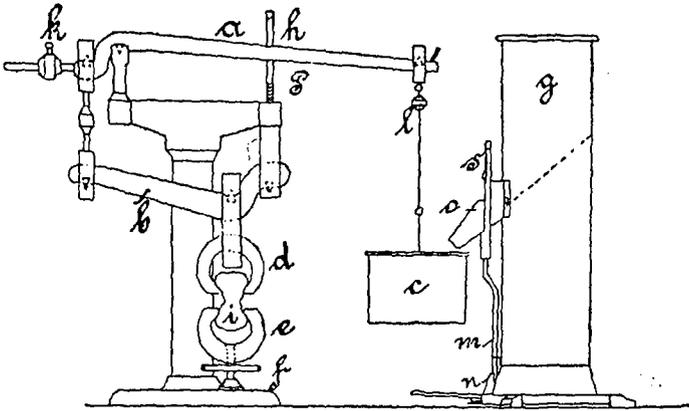


Рис. 21.

въ немъ дробью взвѣшиваютъ на вѣсахъ; разрывающій грузъ на 1 кв. сант. поперечнаго сѣченія цементнаго образца равенъ найденному вѣсу сосуда съ дробью, помноженному на 50 и дѣленному на 5.

Числа, получаемыя для сопротивленія цемента разрыву описаннымъ способомъ, представляютъ нѣкоторыя колебанія. Они могутъ происходить отъ различной плотности образцовъ и отъ различной быстроты нагрузки дробью разрывнаго аппарата. Обыкновенно берется среднее изъ нѣсколькихъ опредѣленій.

По требованіямъ, предъявляемымъ къ порландъ-цементу Министерствомъ Путей Сообщенія, образцы должны выдерживать 20 килогр. разрывающаго усилія на 1 кв. ст. черезъ 7 дней послѣ затворенія цемента, и 25 килограм. черезъ 28 дней, при чемъ, если черезъ 7 дней сопротивленіе будетъ равно 23 килограм., то второе испытаніе черезъ 28 дней не обязательно, но для контроля испытаніе черезъ 28 дней все же производится, и, если оно дастъ цифру менѣе 25 килограм., то вся приемка отъ завода производится не иначе, какъ по пробѣ черезъ 28 дней.

Сопротивленіе разрыву романскихъ цементовъ бываетъ довольно различно, но вообще меньше, чѣмъ у порландскихъ. По опредѣленіямъ проф. Бѣлелюбскаго романскій цементъ черезъ 7 дней имѣлъ сопротивленіе 14 килогр., а черезъ 28 дней 28 килогр. на 1 кв. сантим.

Для испытанія прочности растворовъ, изъ смѣси цемента съ пескомъ дѣлается тѣсто „нормальной“ густоты, при чемъ количество воды или находится посредствомъ особаго прибора—цементнаго копра, или, при отсут-

ствѣ послѣдняго, берется по заявленію завода, поставившаго цементъ, или, при отсутствіи и этого даннаго, воды берется 10—13% отъ вѣса сухой смѣси.

Смѣси изъ песка и цемента, изслѣдуемая на прочность, должны быть составлены изъ 1 вѣс. части цемента и 3-хъ вѣсовыхъ частей „нормальнаго“ песка. Нормальнымъ пескомъ называется обыкновенный кварцевый песокъ, промытый и просѣянный. Просѣиваютъ черезъ сита, имѣющія 64, 144 и 225 отверстій на квадр. сант.; (соответственная толщина проволоки этихъ ситъ 0,4, 0,3 и 0,2 мм.): при этомъ части, остающіяся на ситѣ въ 64 отверстія и прошедшія черезъ сито съ 225 отверстіями отбрасываются, а остатки на ситахъ съ 144 и 225 отверстіями смѣшиваются поровну.

Растворъ смѣси цемента съ „нормальнымъ“ пескомъ нормальной густоты вколачивается въ форму лопаткой, или деревяннымъ молоткомъ, вѣсомъ въ 250 гр.; и вколачиваніе ведутъ до тѣхъ поръ, пока на поверхности тѣста не появится вода. Все остальное дѣлается совершенно такъ же, какъ и при испытаніи прочности чистаго цемента.

По „Техническимъ условіямъ пріемки поргландъ-цементовъ“, въ нашемъ Министерствѣ Путей Сообщенія, сопротивленіе разрыву раствора изъ 1 ч. цемента и 3 частей нормальнаго песка черезъ 7 дней должно быть не менѣе 6 килограм. на квадр. ст., и черезъ 28 дней не менѣе 9 килограм.

Хорошій романскій цементъ, по Кандло, въ смѣси съ пескомъ (1 ч. цемента и 3 ч. песка) долженъ давать черезъ 28 дней сопротивленіе разрыву не менѣе 10 килограммовъ на 1 кв. сантиметръ, а послѣ 7 дней— не менѣе 5 килограммовъ на квадр. сантиметръ.

Химическое изслѣдованіе цементовъ.

Кромѣ вышеуказанныхъ механическихъ испытаній, цементы иногда подвергаются и химическому изслѣдованію. Особенно полезнымъ оказывается анализъ въ томъ случаѣ, когда приходится выяснять причины вспучиванія.

Такъ какъ чаще всего причиной вспучиванія цемента является магнезія, то иногда все изслѣдованіе ограничивается опредѣленіемъ магнія. Для этого предложенъ очень скорый и довольно точный (до 0,25%) слѣдующій способъ. Въ большой фарфоровой чашкѣ обрабатываютъ 2 гр. цемента соляной кислотой, затѣмъ, разбавивъ приблизительно такимъ же объемомъ воды, нагреваютъ до кипѣнія и безъ всякаго фильтрованія осаждаютъ амміакомъ и щавелевой кислотой сразу окись алюминія, окись желѣза и кальцій. Всю жидкость вмѣстѣ съ осадкомъ переносятъ въ мѣр-

ную колбу (въ 1000 к. с.), охлаждають, дополняютъ водой до черты и тщательно перебалтываютъ. Затѣмъ, давъ отстояться, отфильтровываютъ черезъ сухой фильтръ, и при помощи пипетки отбираютъ въ стаканъ 400 к. с. фильтрата. Къ этой порціи прибавляютъ около $\frac{1}{5}$ по объему (т. е. 80 к. с.) амміака и осаждаютъ магній обычнымъ способомъ фосфорнокислымъ натріемъ. Взвѣсивъ послѣ прокаливанія осадокъ $Mg_2P_2O_7$, вычисляютъ количество MgO . При болѣе подробномъ анализѣ опредѣляютъ кремневую кислоту, полуторныя окиси ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$), окись кальція, окись магнія, сѣрную кислоту и щелочи. Последнее опредѣленіе производится рѣже, и обычно опредѣляютъ сумму окиси калия и окиси натрія.

Для подробнаго анализа 0,5 гр. извѣдуемаго цемента прокаливаютъ въ теченіе 15 минутъ на сильномъ пламени. Затѣмъ разлагаютъ соляной кислотой и, разбавивъ водой, отфильтровываютъ отъ нерастворившагося остатка. Этотъ остатокъ сплавляютъ съ содой. Растворивъ сплавъ этотъ въ водѣ, его присоединяютъ къ первому фильтрату.

Опредѣленіе кремневой кислоты. Полученный, какъ только что указано, растворъ выпариваютъ до-суха, смачиваютъ соляной кислотой и вновь выпариваютъ. Полученный сухой остатокъ растворяютъ въ водѣ съ соляной кислотой, нерастворившуюся кремневую кислоту отфильтровываютъ, высушиваютъ, прокаливаютъ и, наконецъ, взвѣшиваютъ.

Для опредѣленія полуторныхъ окисей фильтрѣтъ отъ кремневой кислоты осаждаютъ при кипяченіи амміакомъ, не содержащимъ углекислаго аммонія. Удаливъ избытокъ амміака кипяченіемъ, осадокъ отфильтровываютъ, растворяютъ его въ соляной кислотѣ и вновь осаждаютъ амміакомъ. Такое повторное осажденіе необходимо для того, чтобы вмѣстѣ съ полуторными окисями не былъ осажденъ кальцій. Выдѣлившийся осадокъ отфильтровываютъ, тщательно промываютъ горячей водой, прокаливаютъ и взвѣшиваютъ. Прокаливаніе не должно производиться на пальномъ столѣ, потому что при этомъ окись желѣза можетъ перейти въ закись-окись.

Если желаютъ опредѣлить отдѣльно окись желѣза и окись алюминія, то взвѣшенный осадокъ полуторныхъ окисей сплавляютъ въ платиновомъ тиглѣ съ кислымъ сѣрнокислымъ калиемъ (10 гр.). Сплавъ растворяютъ въ водѣ съ сѣрною кислотой, и въ растворѣ, послѣ обычнаго возстановленія, опредѣляютъ желѣзо титрованіемъ марганцовокислымъ калиемъ. Зная количество желѣза и количество полуторныхъ окисей, путемъ вычисленія находятъ количество окиси алюминія.

Опредѣленіе кальція. Фильтратъ, полученный послѣ выдѣленія полуторныхъ окисей, стущаютъ выпариваніемъ и изъ него осаждаютъ кальцій при кипяченіи при помощи щавелевокислаго аммонія. Выдѣлившийся щавелевокислый кальцій отфильтровываютъ, промываютъ кипящей водой, высушиваютъ, прокаливаютъ сильно и взвѣшиваютъ. Вмѣсто про-

кальванія и взвѣшиванія, кальцій въ осадкѣ можно опредѣлить путемъ титрованія щавелевой кислоты, связанной съ кальціемъ, и, затѣмъ, по щавелевой кислотѣ вычисляютъ количество кальція.

Магній опредѣляется въ фильтратѣ отъ кальція, для чего этотъ фильтратъ сгущаютъ и, въ присутствіи амміака, магній осаждаютъ фосфорнокислымъ патромъ въ видѣ фосфорнокислой амміак-магнезіи. Осадокъ отфильтровываютъ, промываютъ слабымъ амміакомъ, прокалываютъ и взвѣшиваютъ.

Иногда послѣ прокалыванія полученный пирофосфорнокислый магній бываетъ темнаго цвѣта. Тогда его смачиваютъ нѣсколькими каплями азотной кислоты, азотную кислоту удаляютъ осторожнымъ подогрѣваніемъ и вновь прокалываютъ.

Для опредѣленія сѣрной кислоты одинъ граммъ цемента растворяютъ въ соляной кислотѣ, отфильтровываютъ отъ нерастворившагося остатка и при кипяченіи осаждаютъ хлористымъ баріемъ. По количеству полученнаго сѣрнокислаго барія опредѣляютъ количество сѣрной кислоты.

Для опредѣленія щелочей по Герцфельду 10 гр. цемента прокалываютъ на пальномъ столѣ. Прокаленное вещество послѣ охлажденія обрабатываютъ водой и въ растворѣ, затѣмъ, пропускаютъ угольный ангидридъ для того, чтобы окисъ кальція перевести въ углекислый кальцій. Послѣ этого фильтруютъ, фильтратъ подкисляютъ соляной кислотой, выпариваютъ до суха, растворяютъ въ водѣ и къ водному раствору прибавляютъ нейтральнаго углекислаго аммонія. Отфильтровавъ отъ образовавшагося осадка, фильтратъ выпариваютъ и сухой остатокъ слабо прокалываютъ, послѣ чего его взвѣшиваютъ. Онъ состоитъ изъ хлористыхъ солей щелочныхъ металловъ.

Химическій составъ цементовъ.

	портландскій	романскій
Кремнекислота SiO_2	19—26	24—27
Глиноземъ Al_2O_3	4—10	8—10
Окисъ желѣза Fe_2O_3	2—4	3—6
Окисъ кальція CaO	57—66	48—59
Окисъ магнія MgO	до 5	до 3
Сѣрная кислота	до 2	—
Щелочи	до 3	—

Нефть.

Нефть применяется или, какъ топливо, или, какъ матеріалъ, изъ котораго могутъ быть получены разные другіе продукты. Для сужденія о достоинствѣ нефти, какъ топлива, опредѣляютъ содержаніе въ ней воды и постороннихъ минеральныхъ примѣсей. Если же нефть является исходнымъ матеріаломъ для полученія изъ нея другихъ продуктовъ, то необходимо опредѣлить въ ней кромѣ воды и постороннихъ минеральныхъ примѣсей, еще ея удѣльный вѣсъ, температуру вспышки, и произвести пробу перегонкой, т. е. опредѣлить выходъ бензина, освѣтительнаго масла, смазочнаго и т. п.

Опредѣленіе воды.

Въ виду того, что нефть гигроскопична и при обыкновенной температурѣ растворяетъ замѣтное количество воды, которую выдѣляетъ при охлажденіи, опредѣленіе въ ней воды путемъ отстаиванія не дастъ точныхъ данныхъ. Поэтому, для опредѣленія содержанія воды въ нефти поступаютъ такъ: отвѣшенное или отвѣренное (100—300 к. с.) количество нефти перегоняютъ изъ колбы въ градуированный, внизу суженный, цилиндръ (рис. 22) до тѣхъ поръ, пока гонятся капли воды. Въ цилиндрѣ вода легко собирается внизу, и ея количество такимъ образомъ можетъ быть опредѣлено. Иногда отстаиваніе воды идетъ очень медленно, — тогда полезно бываетъ поставить цилиндрикъ на нѣсколько часовъ въ теплую воду.

Для опредѣленія постороннихъ минеральныхъ примѣсей 5—10 гр. хорошо переболтанной нефти растворяютъ въ 100—500 к. с. бензола. Растворъ оставляютъ отстаиваться на ночь и затѣмъ фильтруютъ черезъ высушенный до постояннаго вѣса и взвѣшенный фильтръ. Скопившійся на фильтрѣ остатокъ промываютъ бензоломъ, высушиваютъ при 105° и взвѣшиваютъ.



Рис. 22.

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса.

Наиболѣе точно опредѣленіе удѣльнаго вѣса нефти производителъ при помощи пикнометровъ.

Пикнометры представляютъ изъ себя сосуды съ узкимъ горломъ, на которомъ находится мѣтка, дающая возможность наполнять ихъ постоянно равными объемами жидкостей. Пикнометромъ пользуются слѣдующимъ образомъ. Его наполняютъ водой, имѣющей температуру 15°C , при которой при-

нято определять удѣльный вѣсъ, какъ нефти, такъ и разныхъ нефтяныхъ продуктовъ, и, помѣстивъ въ большой сосудъ съ водой той же температуры, оставляютъ въ немъ минутъ на 15. Затѣмъ фильтровальной бумагой отбираютъ изъ пикнометра избытокъ воды, не вынимая его изъ водяной ванны, до тѣхъ поръ, пока уровень воды не будетъ совпадать съ мѣткой. Затѣмъ пикнометръ затыкаютъ пробочкой, тщательно обтираютъ снаружи и взвѣшиваютъ (А). Послѣ этого пикнометръ опорожняють, тщательно высушиваютъ ¹⁾ и вновь взвѣшиваютъ (В). Разность (С) этихъ двухъ величинъ (А—В=С) покажетъ вѣсъ воды (объемъ пикнометра) при 15°. Затѣмъ точно также пикнометръ наполняютъ нефтью (при 15° С) и взвѣшиваютъ. Изъ найденнаго вѣса пикнометра съ нефтью (D) вычитаютъ вѣсъ пустого пикнометра (В) и находятъ вѣсъ того же объема (С) нефти. (D—В=K).

$$\text{Удѣльный вѣсъ} = \frac{K}{C}.$$

Кромѣ пикнометровъ различнаго устройства для опредѣленія удѣльнаго вѣса нефти можно пользоваться или ареометрами, или вѣсами Мора-Вестфаля.

При опредѣленіи удѣльнаго вѣса при помощи ареометровъ слѣдуетъ наблюдать 1) чтобы стеклянный цилиндръ, наполняемый изслѣдуемой жидкостью, имѣлъ внутренній діаметръ, по крайней мѣрѣ въ 3 раза болышій, чѣмъ наружный діаметръ наиболее утолщенной части ареометра; 2) цилиндрический сосудъ долженъ стоять совершенно вертикально и быть наполненъ такимъ количествомъ изслѣдуемой жидкости, чтобы помѣщенный внутри его ареометръ плавалъ совершенно свободно, не касаясь дна цилиндра; 3) ареометръ долженъ быть совершенно сухъ и, будучи погруженъ въ изслѣдуемую жидкость, не долженъ касаться стѣнокъ цилиндра, и не долженъ имѣть на своей поверхности пузырьковъ воздуха; 4) отсчетъ по ареометрической шкалѣ слѣдуетъ производить черезъ 5—10 минутъ послѣ погруженія ареометра, что необходимо для принятія приборомъ температуры окружающей его жидкости; 5) отсчетъ слѣдуетъ производить по чертѣ, отвѣчающей нижнему краю мениска.

Въ случаѣ невозможности привести температуру изслѣдуемаго вещества къ 15° С., можно, пользуясь таблицей поправокъ, по отсчету на ареометръ, сдѣланному при любой температурѣ, точно вычислить удѣль-

¹⁾ Для того, чтобы быстро высушить пикнометръ, можно, выливъ изъ него воду и ополоснувъ его внутри сначала спиртомъ, а потомъ эфиромъ, протянуть черезъ него воздухъ при помощи тонкой трубочки.

ный вѣсъ при $15^{\circ} C.$, по слѣдующей формулѣ:

$$D = d + (t^0 - 15)\beta,$$

гдѣ D искомый удѣльный вѣсъ при $15^{\circ} C.$, d —найденный удѣльный вѣсъ при t^0 , t^0 —температура жидкости во время наблюденія и β поправка на $1^{\circ} C.$

Таблица поправокъ удѣльнаго вѣса нефтяныхъ продуктовъ (Менделѣева).

Для удѣльнаго вѣса.	β (поправка на $1^{\circ} C.$).	Для удѣльнаго вѣса.	β (поправка на $1^{\circ} C.$).
Отъ 0,700 до 0,720	0,000820	Отъ 0,860 до 0,865	0,000700
„ 0,720 „ 0,740	0,000810	„ 0,865 „ 0,870	0,000692
„ 0,740 „ 0,760	0,000800	„ 0,870 „ 0,875	0,000685
„ 0,760 „ 0,780	0,000790	„ 0,875 „ 0,880	0,000677
„ 0,780 „ 0,800	0,000780	„ 0,880 „ 0,885	0,000670
„ 0,800 „ 0,810	0,000770	„ 0,885 „ 0,890	0,000660
„ 0,810 „ 0,820	0,000760	„ 0,890 „ 0,895	0,000650
„ 0,820 „ 0,830	0,000750	„ 0,895 „ 0,900	0,000640
„ 0,830 „ 0,840	0,000740	„ 0,900 „ 0,905	0,000630
„ 0,840 „ 0,850	0,000720	„ 0,905 „ 0,910	0,000620
„ 0,850 „ 0,860	0,000710	„ 0,910 „ 0,920	0,000600

Вѣсы Мора-Вестфала (рис. 23) отличаются отъ обыкновенныхъ рычажныхъ вѣсовъ тѣмъ, что плечи коромысла ихъ не равны по длинѣ и по массѣ. На концѣ длиннаго, но болѣе легкаго плеча, раздѣленнаго на 10 равныхъ частей, подвѣшенъ на тонкой платиновой проволоцѣ стеклянный поплавокъ, который, въ сущности, есть маленькій стеклянный термометръ. Вѣсъ поплавка подгоняется такъ, чтобы вѣсы были въ равновѣсїи въ воздухѣ. Подгонка производится шлифованьемъ стекла термометра.

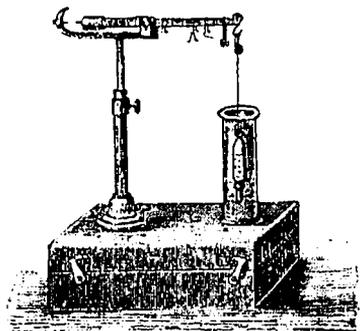


Рис. 23.

Опредѣленіе плотности этими вѣсами основано на законѣ Архимеда. По-

грузкая поплавокъ въ вземѣваемую жидкость и возстановляя равновѣсіе прибавленіемъ разновѣсокъ на то же плечо, на которомъ виситъ поплавокъ, прямо получаютъ удѣльный вѣсъ жидкости. Прилагаемый къ вѣсамъ разновѣсъ имѣетъ форму рейтеровъ, которые можно вѣшать либо на концѣ плеча, либо на дѣленіяхъ коромысла. Такихъ разновѣсокъ бываетъ обыкновенно четыре. Два большихъ рейтера, каждый въ отдѣльности, вѣсятъ столько, каковъ вѣсъ воды, вытѣсняемой при 15° C поплавокъ. Другіе рейтеры вѣсятъ въ 10 и 100 разъ меньше. Помѣщая рейтеръ на дѣленія коромысла, получаемъ десятыя доли того давленія, которое онъ производитъ, будучи повѣшенъ на концѣ плеча. Положимъ, что, погруживъ поплавокъ въ какую либо жидкость, мы для приведенія вѣсовъ въ равновѣсіе должны были наложить рейтеры такъ: 1 большой рейтеръ виситъ на томъ крючкѣ, гдѣ и поплавокъ, т. е. на концѣ коромысла, второй большой рейтеръ — на четвертомъ дѣленіи, слѣдующій по величинѣ на третьемъ и, наконецъ, самый маленькій — на восьмомъ, тогда удѣльный вѣсъ данной жидкости будетъ равенъ, если температура ея 15° C, — 1,438.

Удѣльный вѣсъ различныхъ видовъ нефти различенъ, какъ видно на приведенной дальнѣ таблицѣ. На основаніи удѣльнаго вѣса нефти выводить заключенія о ея составѣ, т. е. о выходѣ изъ нея бензина, осветительныхъ маселъ и т. п., можно только въ томъ случаѣ, если сравнивать нефти одного и того же происхожденія, тогда можно считать, что чѣмъ выше ея удѣльный вѣсъ, тѣмъ она богаче высококипящими фракціями и бѣднѣе низкокипящими.

Температура вспышки.

Опредѣленіе температуры вспышки см. при керосинѣ. Некоторые виды нефти имѣютъ очень низкую температуру вспышки (около 0°). Вообще, чѣмъ нефть богаче легкокипящими фракціями, тѣмъ температура вспышки ниже.

Испытаніе дробной перегонкой.

Дробная перегонка нефти даетъ возможность судить о ея составѣ и примѣнимости ея для полученія того или иного продукта. Эта перегонка можетъ быть произведена изъ любого аппарата, но, такъ какъ выходъ отдѣльныхъ фракцій зависитъ отъ самого перегоннаго аппарата и отъ скорости перегонки, то для полученія сравнимыхъ результатовъ перегонку приходится вести при строго опредѣленныхъ условіяхъ. О производствѣ самого испытанія см. керосинѣ.

Количество различныхъ фракцій, получающихся при дробной перегонкѣ разныхъ сортовъ нефти, очень различно.

	Удельный вѣсъ нефти.	Процентное содержаніе.		
		Легких маселъ до 150°	Освѣтитель- ныхъ маселъ 150°—300°.	Остат- ковъ выше 300°.
Пенсильванская	0,800—0,820	10—20	60—75	5—10
Огайская	0,833	15	40	45
Бакинская:				
Балахан-Сабунчинская	0,865—0,870	5—6	27—33	55—66
Вибн-Эйбатская	0,855—0,858	10,5	40	49,5
Грозненская	0,823—0,890	11—19	22—24 (между 150—270).	57—66
Галлиційская	0,780—0,900	3—6	55—65	30—40
Румынская	0,850	4	60—70	35—40
Эльзасская	0,912	1	35—40	55—66

Керосинъ.

При изслѣдованіи керосина обращаютъ вниманіе на 1) его внѣшній видъ (прозрачность, окраску, флуоресценцію, запахъ), 2) удѣльный вѣсъ, 3) температуру вспышки, 4) относительныя количества получаемыхъ при дробной перегонкѣ фракцій, 5) вязкость 6) полноту очистки, 7) освѣтительную способность.

Прозрачность. Хорошо отстоявшійся и хорошо очищенный керосинъ бываетъ обыкновенно прозраченъ, т. е. не содержитъ суспендированныхъ, нерастворимыхъ въ немъ веществъ. Для опредѣленія прозрачности керосинъ наливаютъ въ цилиндръ изъ безцвѣтнаго и прозрачнаго стекла діам. 4—5 сант. и разсматриваютъ его въ проходящемъ свѣтѣ перпендикулярно оси цилиндра. Если жидкость, оказавшаяся мутноватою, послѣ нагреванія въ теченіе 5 минутъ при помѣшиваніи въ открытомъ сосудѣ до 70° С., при обратномъ переливаніи въ цилиндръ не становится совершенно прозрачною, то она признается невыдержавшею испытанія.

Примѣсъ взвѣшенныхъ твердыхъ веществъ допускается въ количествѣ, не превышающемъ 0,1%. Количественное опредѣленіе см. нефть.

Определение окраски (цветности).

Некоторые сорта керосина бывают больше или меньше сильно окрашены в желтоватый цвет; чем окраска слабее, тем керосин расщипывается дороже, самые дорогие сорта бывают совершенно безцветны, какъ вода. Если керосинъ выставить на солнечный свѣтъ, то даже самые лучшіе сорта его при этомъ желтѣютъ, что впрочемъ, повидимому, не отражается вредно на другихъ свойствахъ продукта.

Степень окраски нефтяныхъ маселъ опредѣляется приборами, называемыми колориметрами, и выражается шестью основными тонами — марками, которые обозначаютъ слѣдующими знаками:

- 1) Water White, сокращенно *WW* — безцветный, какъ вода, — первая марка,
- 2) Superfin White — *SW* — слабый желтоватый отблескъ — вторая марка,
- 3) Prime White — *PW* — болѣе интенсивное окрашивание — третья марка,
- 4) Standart White — *SW* — окрашивание еще болѣе интенсивное — четвертая марка,
- 5) Good Marchantable — *GM* — цветъ чайнаго отвара средней крепости — пятая марка и
- 6) Not good Marchantable — *NGM* — цветъ крепкаго чайнаго отвара — шестая марка.

Помимо приведенныхъ основныхъ тоновъ — марокъ, степень окраски иногда выражаютъ въ дробныхъ величинахъ, напр. 2,5 или 1,2, указывая этимъ степень близости къ той или другой маркѣ. Марки опредѣляются сравненіемъ цвѣта нефтяныхъ продуктовъ съ образцовыми окрашенными стеклами, наборъ которыхъ имѣется при колориметрѣ. Для провѣрки окраски образцовыхъ стеколъ ихъ сравниваютъ съ окраской определенной толщины слоя подкисленнаго раствора двуххромовислого калия определенной концентраціи.

Колориметръ Штаммера. Въ этомъ колориметрѣ опредѣляется толщина слоя, при которой керосинъ кажется такъ же окрашеннымъ, какъ нормальная окрашенная стеклянная пластинка.

Конструкция колориметра видна на рисункѣ 24. *Z* — неподвижная трубка, въ верхнюю часть которой вкладываются образцовыя окрашенные стекла *и*. Рядомъ съ ней находится также неподвижная трубка *l*, закрытая съ нижней стороны безцветнымъ стекломъ. Эта трубка опущена въ широкій цилиндръ *C*, закрытый снизу стекломъ *b*. Извлекаемый керосинъ

наливается въ цилиндръ *C*, который можетъ подыматься и опускаться. вслѣдствіе чего толщина слоя керосина между нижнимъ концомъ трубки *t* и стекломъ *b* будетъ измѣняться. Лучъ свѣта, отраженный зеркаломъ *p*, проходитъ черезъ дно цилиндровъ *Z* и *C* и попадетъ черезъ призмы въ окуляръ *O*, дающій возможность видѣть одновременно въ полѣ зрѣнія изображенія половинокъ нижнихъ отверстій трубокъ *Z* и *C*.

Опредѣленіе цвѣта керосина производится слѣдующимъ образомъ: въ цилиндръ *C* наливаютъ до черты изслѣдуемый керосинъ, а въ трубку *Z*, подь окуляръ вкладываютъ желтое стекло марки 2 (*SH*) и, повернувъ аппаратъ зеркаломъ къ свѣту, смотрятъ въ окуляръ, при чемъ глазу представляется полѣ зрѣнія въ видѣ круга, половины котораго окрашены неодинаково: одна изъ нихъ отвѣчаетъ цвѣту столба (между нижнимъ концомъ трубки *t* и стекломъ *b*) испытуемой жидкости, а другая цвѣту стекла марки 2. Опуская или подымая трубку *C*, т. е. уменьшая или увеличивая толщину слоя керосина, достигаютъ того, что окраска половинокъ круга сдѣлается совершенно одинаковой. Число миллиметровъ, указываемыхъ по шкалѣ, имѣющейся на колориметрѣ, указателемъ, даетъ высоту столба керосина, по цвѣту равнаго стеклу марки 2.

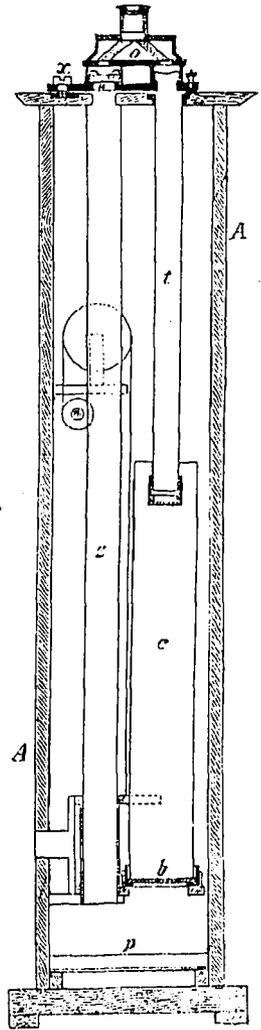


Рис. 24.

Для выраженія цвѣта керосина въ маркахъ слѣдуетъ найти въ таблицѣ № 1, въ третьей графѣ, наиболѣе близкую цифру къ найденной при помощи колориметра и прочесть въ первой графѣ соответственное этой высотѣ окрашиваніе въ маркахъ. Если цвѣтъ керосина будетъ свѣтлѣе марки 2, т. е. лежитъ между марками *SH* и *HW*, приходится брать слой изслѣдуемаго керосина большей толщины, чѣмъ 404,6 мм., чего нельзя сдѣлать при помощи обыкновеннаго колориметра; въ такомъ случаѣ подь призму трубки *Z* вкладываютъ стекло марки 1 (*HW*) и затѣмъ уже опредѣляютъ соответствующую ему по тону окраски высоту столба керосина. Цвѣтъ осветительнаго масла въ маркахъ находится въ такихъ случаяхъ по таблицѣ № 2.

Цвѣтность Ваккенскаго керосина большей частью бываетъ между 2 и 3 марками.

Таблица № 1.

Название марок.	Процентное содержание K_2CrO_4 в растворе того же шфта при тол- щине слоя 404, 6 мм.	Наблюденная толщина слоя используемой жидкости в мм.	Название марок.	Процентное содержание K_2CrO_4 в растворе того же шфта при тол- щине слоя 404, 6 мм.	Наблюденная толщина слоя используемой жидкости в мм.
ИИ 1,0	0,000272	957,9	ИИ 3,0	0,003068	34,9
1,1	0,000309	843,2	3,1	0,003325	78,4
1,2	0,000346	753,1	3,2	0,003581	72,8
1,3	0,000384	680,3	3,3	0,003838	67,9
1,4	0,000421	618,9	3,4	0,004094	63,6
1,5	0,000458	568,4	3,5	0,004351	59,9
1,6	0,000495	526,4	3,6	0,004608	56,5
1,7	0,000532	489,8	3,7	0,004864	53,5
1,8	0,000570	457,1	3,8	0,005121	50,9
1,9	0,000607	429,3	3,9	0,005377	48,5
СИ 2,0	0,000644	404,6	СИ 4,0	0,005634	46,2
2,1	0,000886	294,1	4,1	0,006334	41,4
2,2	0,001129	230,8	4,2	0,007034	37,0
2,25	0,001220	208,5	4,3	0,007734	33,7
2,3	0,001371	191,1	4,4	0,008434	30,9
2,4	0,001614	161,1	4,5	0,009134	28,5
2,5	0,001856	140,4	4,6	0,009833	26,5
2,6	0,002098	124,2	4,7	0,010533	24,7
2,7	0,002341	111,3	4,8	0,011233	23,2
2,75	0,002462	105,8	4,9	0,011933	21,9
2,8	0,002583	100,9	РМ 5,0	0,012633	20,6
2,9	0,002826	92,2			

Таблица № 2.

Название марокъ.	Процентное содержаніе K_2CrO_4 въ растворъ того же цвѣта при толщинѣ слоя 404,6 мм.	Наблюденная толщина слоя изслѣдуемой жидкости въ мм.
НН 1,0	0,000272	404,6
1,1	0,000309	356,2
1,2	0,000346	318,1
1,3	0,000384	286,6
1,4	0,000421	261,4
1,5	0,000458	240,3
1,6	0,000495	222,3
1,7	0,000532	206,9
1,8	0,000570	193,1
1,9	0,000607	181,3
2,0	0,000644	170,9

На основаніи предписанія русскаго Министерства финансовъ въ 1897 изслѣдованіе освѣтительныхъ маселъ на цвѣтностъ признано обязательнымъ, ибо окраска керосина не служитъ признакомъ его хорошей очистки и способности его горѣть ровнымъ пламенемъ безъ копоти и безъ запаха въ обыкновенныхъ лампахъ. Но, такъ какъ въ торговлѣ керосинъ часто расцѣпывается въ зависимости отъ его цвѣта, то при его изслѣдованіи постоянно дѣлаютъ опредѣленія цвѣтности.

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса см. нефть.

Удѣльный вѣсъ обыкновеннаго керосина (керосина-прямого сообщенія) бываетъ отъ 0,821 до 0,830. Тяжелый керосинъ имѣетъ удѣльный вѣсъ 0,835—0,870, астралинъ 0,835—0,840.

Нужно имѣть въ виду, что керосинъ при долгомъ храненіи, даже въ плотно закрытыхъ сосудахъ подвергается полимеризаціи, вслѣдствіе чего его удѣльный вѣсъ значительно увеличивается.

Определение температуры вспышки.

Температурой вспышки называется та температура, при которой керосинъ при точно определенныхъ условіяхъ даетъ такое количество горючихъ паровъ, что они въ смѣси съ воздухомъ взрываютъ, если къ нимъ поднести пламя. Температура вспышки до нѣкоторой степени можетъ служить показателемъ огнеопасности керосина, но при этомъ нужно имѣть въ виду, что она существеннымъ образомъ зависитъ отъ тѣхъ условій, при которыхъ производилось ея опредѣленіе.

Температура вспышки керосина, согласно утвержденнымъ Министерствомъ Финансовъ правиламъ, опредѣляется въ аппаратъ Аболя-Пенскаго

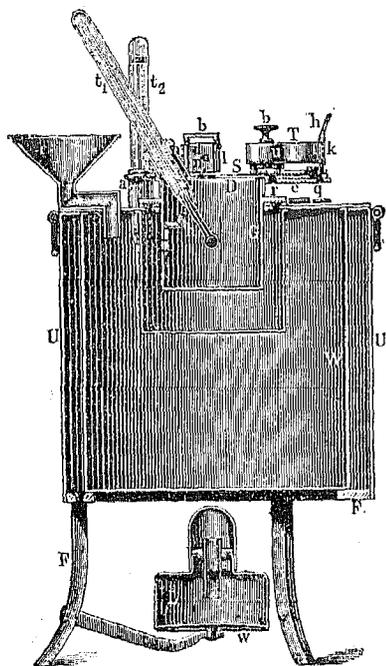


Рис. 25.

съ часовымъ механизмомъ (рис. 25). Онъ состоитъ изъ слѣдующихъ частей: 1) резервуара для испытуемаго масла—*g*, 2) крышки (рис. 26) съ подвижной заслонкой *S* и приспособленіемъ для зажигания, 3) часового механизма *T*, укрѣпленнаго на крышкѣ и приводящаго въ движеніе приспособленіе для зажигания, 4) нагревательной камеры (воздушной ванны), въ которую помещается сосудъ *g*, 5) треножника *B* съ кожухомъ *U* и лампой *L* для подогреванія, 6) термометра *t*₁ для опредѣленія температуры испытуемаго масла, 7) термометра *t*₂, показывающаго температуру ванны.

Резервуаръ *g* представляетъ изъ себя латунный, внутри вылуженный цилиндръ, высотой 58, діаметромъ 51 мм., имѣющій на наружной поверхности широкое плоское кольцо, при помощи котораго онъ удерживается въ ваннѣ. Внутри *g* имѣется крючковидный указатель *h*, острый конецъ котораго служитъ указателемъ уровня при наполненіи резервуара керосиномъ. На крышкѣ резервуара находятся, кромѣ часового механизма *T* и подвижной заслонки *S*, еще лампочка *l* и фитиль съ бѣлымъ костянымъ шарикомъ, по величинѣ котораго устанавливается величина языка пламени лампочки (¹⁾.

¹⁾ Лампочка снабжена круглымъ, плетеннымъ фитилемъ, прикрытымъ въ самомъ резервуарѣ разрыхленной ватой. Лампочка наполняется солированнымъ масломъ настолько, чтобы вся вата была имъ пропитана; избытокъ масла удаляется пропускной бумагой; фитиль тщательно очищается отъ нагара.

Часовой механизм служит для сообщения заслонкѣ *S* медленнаго и равномернаго движенія въ сторону. При движеніи заслонки отгираваются отверстия, ведущія внутрь резервуара *g*. Быстрота движенія заслонки должна быть такова, чтобы только что указанныя отверстия оставались открытыми въ теченіе 2-хъ секундъ, и чтобы послѣ этого заслонка быстро возвращалась въ первоначальное положеніе. Заслонка при движеніи, открывающемъ внутренность сосуда *g*, захватываетъ лампочку и наклоняетъ ее такъ, что язычекъ ея пламени опускается черезъ открывшееся отверстіе внутрь резервуара.

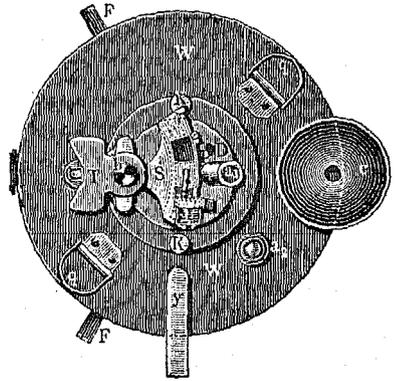


Рис. 26.

Прежде чѣмъ приступить къ самому опредѣленію температуры вешышки, устанавливаютъ аппаратъ по отвѣсу и наполняютъ его черезъ воронку *e* водою до тѣхъ поръ, пока она не начнетъ вытекать черезъ отводную трубку. Наливаемая въ ванну вода должна имѣть температуру приблизительно вдвое выше той, какую должно выдержать испытуемое масло, не взыхая. Если вешышка должна произойти выше $50^{\circ} C$, то вода въ ваннѣ нагревается до кипѣнія, если же температура вешышки выше 60° , то тогда въ промежутокъ между сосудомъ съ испытуемымъ веществомъ и водяной ванной т. е. въ воздушную ванну, наливаютъ нефтяное хорошо высушенное масло уд. в. 0,90 и производятъ такимъ образомъ подогреваніе сосуда *g* не черезъ воздухъ, а черезъ нефтяное масло; въ этомъ случаѣ температура воды ванны должна быть только на 15° выше той, какую должно выдержать испытуемое масло безъ взышки. Температуру воды ванны *w* во время опыта необходимо поддерживать при помощи лампочки *L* приблизительно на одной высотѣ.

Опредѣленіе температуры вешышки производится такъ. Подлежащій изслѣзованію керосинъ въ плотно закрытой стеклянкѣ вносятъ въ то помѣщеніе, гдѣ производится опредѣленіе, и оставляютъ его въ покой до тѣхъ поръ, пока онъ не приметъ комнатной температуры. Затѣмъ нагреваютъ водяную баню аппарата до болѣе или менѣе высокой температуры въ зависимости отъ того, какое освѣтительное масло изслѣдуется (см. выше). При обыкновенномъ керосинѣ нагреваютъ водяную баню до $54,5-55^{\circ}$ (красная черта на термомстрѣ). Затѣмъ въ сосудъ *g* при помощи пипетки наливаютъ керосина столько, чтобы выдавался лишь самый кончикъ острія *h*. Тотчасъ сосудъ *g* закрывается крышкой, послѣ чего его осторожно, дабы не взбалтывать керосинъ, помещаютъ въ водя-

ную баню *w*. Далѣе зажигаютъ лампочку, находящуюся на крышкѣ сосуда *g* и заводятъ пружинку механизма, двигающаго заслонку. Когда термометръ, погруженный въ керосинъ, начинаетъ показывать температуру, близкую къ той, которую ожидаютъ, какъ температуру вспышки изслѣдуемаго керосина, нажимаютъ рычажокъ, благодаря чему задвижка отодвигается, и пламя лампочки погружается черезъ отверстіе въ крышкѣ внутрь сосуда *g* на 2 секунды, вѣдѣ за этимъ заслонка сама собою задвигается, и лампочка приходитъ въ прежнее положеніе. Если въ моментъ погруженія пламени лампочки внутрь сосуда не произошло воспламененія паровъ, что узнается по голубому пламени, которое появляется внутри сосуда, то ту же операцію производятъ вновь, когда температура керосина подымается на $\frac{1}{2}$ градуса, и такъ поступаютъ до тѣхъ поръ, пока не появится голубое пламя. Эта температура и называется температурой вспышки.

По окончаніи одного опредѣленія, тотчасъ же производятъ второе опредѣленіе съ тѣмъ же керосиномъ, для чего, опорожнивъ сосудъ *g*, тщательно вытираютъ тряпкой или пропускной бумагой всѣ его части, вновь его наполняютъ керосиномъ, какъ указано выше, и производятъ второе опредѣленіе съ тѣми предосторожностями, какъ и первое. Если температура вспышки, найденная при второмъ опредѣленіи, отличается отъ найденной въ первый разъ не болѣе, чѣмъ на 0,5°, то за температуру вспышки считаютъ обыкновенно среднюю величину, въ противномъ случаѣ производятъ третье опредѣленіе и берутъ среднее изъ трехъ опредѣленій.

Нормальной температурой вспышки паровъ керосина признается такая, которая опредѣлена при давленіи въ 760 мм. Опредѣленіе нормальной температуры вспышки обязательно только для керосина и иныхъ освѣтительныхъ маселъ, температура вспышки которыхъ около 27—29° C, для всѣхъ же другихъ освѣтительныхъ маселъ поправка на барометрическое давленіе не дѣлается.

Для приведенія температуры вспышки, опредѣленной не при 760 мм. давленія, къ нормальной пользуются слѣд. таблицей (см. 79 стр.).

Положимъ, что наблюдаена температура вспышки 28° (первое опред.), 28,5° (второе) и 28° (третье) при давленіи 742 мм. Въ верхней строкѣ ищемъ наиболѣе близкую величину къ 742, т. е. 740. Затѣмъ беремъ среднюю температуру вспышки изъ 3-хъ опредѣленій, она будетъ равна 28,16° (круглымъ числомъ — 28,2°). Теперь въ вертикальной строкѣ подъ давленіемъ 740 ищемъ цифру, наиболѣе близкую къ 28,2 — 28,3 и смотримъ, какая температура находится въ той же горизонтальной строкѣ, въ которой стоитъ 28,3, но въ вертикальномъ столбцѣ, стоящемъ подъ давленіемъ 760 (жирн. шрифт.), и находимъ 29°. Это и будетъ искомая нормальная температура вспышки при 760 мм. давленія.

Барометрическое давление в миллиметрахъ.

730	735	740	745	750	755	760	765	770	775	780	785	790
-----	-----	-----	-----	-----	-----	------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Температура вспышки по термометру Цельсия.

26,0	26,1	26,3	26,5	26,7	26,8	27,0	27,2	27,4	27,5	27,7	27,9	28,0
25,5	26,6	26,8	27,0	27,2	27,3	27,5	27,7	27,9	28,0	28,2	28,4	28,5
27,0	27,1	27,3	27,5	27,7	27,8	28,0	28,2	28,4	28,5	28,7	28,9	29,0
27,5	27,6	27,8	28,0	28,2	28,3	28,5	28,7	28,9	29,0	29,2	29,4	29,5
28,0	28,1	28,3	28,5	28,7	28,8	29,0	29,2	29,4	29,5	29,7	29,9	30,0
28,5	28,6	28,8	29,0	29,2	29,3	29,5	29,7	29,9	30,0	30,2	30,4	30,5
29,0	29,1	29,3	29,5	29,7	29,8	30,0	30,2	30,4	30,5	30,7	30,9	31,0
29,5	29,6	29,8	30,0	30,2	30,3	30,5	30,7	30,9	31,0	31,2	31,4	31,5
30,0	30,1	30,3	30,5	30,7	30,8	31,0	31,2	31,4	31,5	31,7	31,0	32,0

Въ Россіи воспрещается продажа керосина съ температурой вспышки ниже 28°, въ большинствѣ случаевъ она для русскаго керосина около 30°.

Опредѣленіе относительныхъ количествъ получаемыхъ при дробной перегонкѣ фракцій.

Это опредѣленіе очень важно для сужденія о пригодности керосина для горѣнія въ нашихъ обыкновенныхъ лампахъ, потому что, если керосинъ содержитъ слишкомъ много высококипящихъ фракцій, то, во-первыхъ, онъ плохо будетъ подыматься по свѣтильнѣ вслѣдствіе слишкомъ большой вязкости и, во-вторыхъ, будетъ плохо горѣть вслѣдствіе того, что лампы, рассчитанныя для болѣе легкихъ маселъ, не будутъ давать достаточнаго для горѣнія притока воздуха. Хорошій керосинъ долженъ содержать самое большее 10% продукта, кипящаго ниже 150°, и самое большее 15% кипящаго выше 300°. Начало температуры кипѣнія не должно быть ниже 110°.

Собираютъ обыкновенно при дробной перегонкѣ фракцій до 150°, 150°--200°, 200°--250°, 250°--275° и 275°--300°. Фракція выше 300° опредѣляется по разности. Иногда при фракціонированіи собираютъ слѣд. фракцій до 150°, 150°--200°, 200°--270° и выше 270° (остатокъ). За на-

чало кипѣнія считаютъ обыкновенно тотъ моментъ, когда первая капля дестиллята падаетъ изъ конца холодильника. За конецъ какой-либо фракціи принимаютъ тотъ моментъ, когда, несмотря на повторное нагреваніе до той температуры, которой оканчивается фракція, изъ холодильника упадетъ самое большее 6 капель.

Самое опредѣленіе производится по Энглеру такъ. Во взвѣшенную круглодонную перегонную колбу *A* (рис. 27) діаметромъ 6,5 ст., снабженную горлышкомъ въ 1,6 ст. шириной и 15 ст. длиной, имѣющую отводную трубку на разстояніи 6,5 ст. отъ верхней части колбы, наливаютъ 100 к. с. керосина, высушеннаго хлористымъ кальціемъ, и взвѣшиваютъ. Колбу присоединяютъ къ холодильнику или къ обыкновенному стеклянному, или къ мѣдной трубкѣ *b*, шириной 1 ст., длиной около 45 ст. Въ каче-

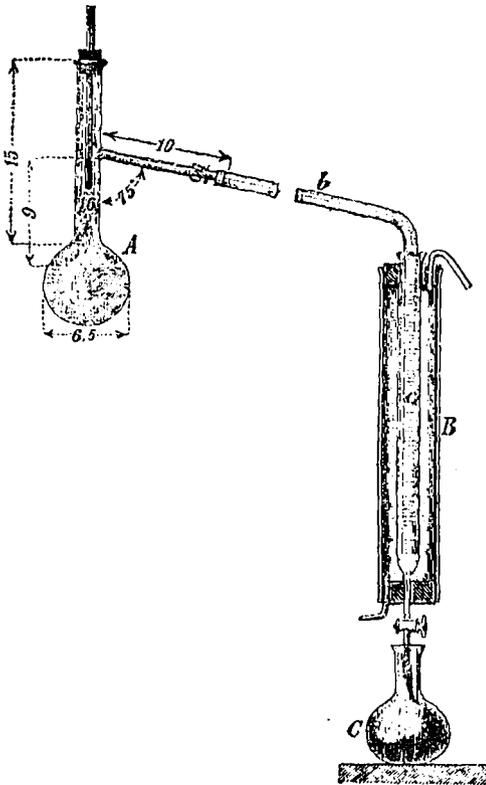


Рис. 27.

ствѣ пріемника можно пользоваться стеклянной бюреткой *C*, окруженной воднымъ холодильникомъ *B*. Въ бюреткѣ фракціи могутъ измѣряться по объему, а затѣмъ, по выпускѣ черезъ край въ колбу, по вѣсу. Перегонку ведутъ такъ, чтобы въ 1 минуту переходило дестиллята 2,5 к. с. Когда температура дойдетъ до конечной для какой-либо фракціи, то отнимаютъ огонь, даютъ температурѣ упасть градусовъ на 20 и вновь нагреваютъ до конечной температуры. Къ слѣдующей фракціи переходятъ только тогда, когда при такомъ повторномъ нагреваніи перегоняется не больше 6 капель.

Опредѣленія вязкости см. смазочныя масла.

Проба на полноту очистки.

Для сужденія о полнотѣ очистки поступаютъ такъ: къ 10 к. с. керосина прибавляютъ 5 к. с. крѣпкой, уд. в. 1,53, сѣрной кислоты и взбалтываютъ въ цилиндрѣ съ пришлифованной пробкой въ теченіе 3-хъ минутъ. Если керосинъ хорошо очищенъ, то кислота лишь слабо желтѣетъ.

Испытаніе на удовлетворительность очистки щелочью.

Въ объемистую колбу отмѣриваютъ 300 к. с. керосина, 12 к. с. 1,2% раствора ѣдкого натра (уд. в. 1,014), сильно взбалтываютъ, ставятъ на водяную баню и смѣсь нагреваютъ до 70° С. Нагрѣтую смѣсь сильно перобалтываютъ и, въ теченіе 3-хъ минутъ, даютъ отстояться. Водный слой, отдѣленный дѣлительной воронкой, процеживаютъ черезъ фильтръ въ пробирку діаметромъ 1,5 ст. Отъ прибавленія къ нему по каплямъ соляной кислоты уд. в. 1,18—1,2 до слабо кислой реакціи, прозрачный щелочный растворъ мутится, при чемъ по степени помутнѣнія его судятъ о степени очистки, выражая ее баллами 1—4:

1—Подкисленная жидкость вполне прозрачна.

2—Помутнѣніе не препятствуетъ читать приложенный къ пробиркѣ мелкій шрифтъ.

3—Можно читать крупный шрифтъ.

4—Жидкость настолько мутна, что черезъ слой ея въ 1,5 ст. толщиной нельзя читать крупный шрифтъ.

Ислѣдованіе на прозрачность слѣдуетъ производить не позже 1 минуты послѣ прибавленія кислоты.

Плохо очищенный керосинъ имѣетъ острый, непріятный запахъ, при сжиганіи въ лампахъ распространяетъ чадъ, горитъ не ровно и быстро засоряетъ фитиль, образуя нагаръ, кромѣ того, при стояніи на воздухѣ онъ сильно темнѣетъ.

Опредѣленіе нейтральности.

Хорошо промытый и хорошо отстоявшійся прозрачный керосинъ обыкновенно не содержитъ свободной сѣрной кислоты, но онъ можетъ имѣть въ растворѣ замѣтное количество сульфокислотъ, не только въ свободномъ состояніи, но также и въ видѣ солей. Какъ сульфокислоты, такъ и ихъ соли, водой разлагаются съ выдѣленіемъ сѣрной кислоты. Въ виду этого даже совершенно прозрачный керосинъ необходимо испытывать на нейтральность.

Для опредѣленія нейтральности освѣтительныхъ маселъ отмѣриваютъ въ стеклянный цилиндръ съ притертой пробкой 30 к. с. масла, прибавляютъ 10 к. с. нагрѣтой до 50—60° дистиллированной воды, подкрашенной 1—2 каплями воднаго раствора метил-оранжа (1 : 100), сильно взбалтываютъ въ теченіе 2-хъ минутъ и даютъ отстояться. Отдѣлившійся отъ масла водный слой не долженъ измѣняться въ цвѣтѣ.

Освѣтительная способность.

Понятіе о достоинствѣ керосина, какъ освѣтительнаго матеріала, даетъ пробное горѣніе его въ лампахъ и опредѣленіе при этомъ его освѣтительной способности.

Достоинства керосина, какъ освѣтительнаго матеріала, слгаются изъ:

- 1) силы свѣта пламени,
- 2) количества матеріала, которое нужно сжечь для полученія свѣта опредѣленной силы, т. е. изъ количества матеріала, тратящагося на часъ—свѣчу,
- 3) измѣненія силы свѣта въ зависимости отъ продолжительности горѣнія, обугливанія свѣтильни и пр.
- 4) цвѣта пламени.

Конструкция лампы, въ которой горитъ керосинъ, существенно образомъ вліяетъ на его освѣтительную способность. Особенно большое значеніе въ этомъ смѣслѣ оказываетъ способъ приведенія необходимаго для горѣнія воздуха, мѣсто суженія ламповаго стекла, самая его форма и сортъ свѣтильни. Разные сорта керосина для хорошаго горѣнія требуютъ разныхъ лампъ. Такимъ образомъ, горѣлка должна быть приспособлена къ керосину, или керосинъ нужно подбирать къ данной горѣлкѣ, если желательно имѣть возможно дешевой и сильный свѣтъ.

При опредѣленіи свѣтопроизводительной способности керосина принимается, въ качествѣ нормальной, плоская 10-ти линейная горѣлка, въ которой щель имѣетъ 23 мм. длины и 4 мм. ширины. Горѣлка вставляется въ резервуаръ высотой 100 мм. и діаметромъ 90 мм. На немъ находится мѣтка на разстояніи 80 мм. отъ кольца, въ которое ввинчивается горѣлка. Въ резервуаръ наливаютъ назначенный для испытанія керосинъ до мѣтки и затѣмъ прибавляютъ еще 300 к. с. того же керосина. Фитиль долженъ быть совершенно чистъ отъ постороннихъ примѣсей (крахмала и т. п.) и сдѣланъ изъ хорошей хлопчатой бумаги. Онъ долженъ заполнять собою щель горѣлки, какъ по ширинѣ, такъ и по длинѣ, но двигаться въ ней свободно. Передъ вставленіемъ въ горѣлку его слѣдуетъ промыть водой, высушить на вольномъ воздухѣ и намочить въ изслѣдуемомъ топливѣ керосинѣ. Фитиль долженъ быть такой длины, чтобы при концѣ горѣнія онъ окунался въ керосинъ по крайней мѣрѣ на 30 мм. При заправленіи лампы фитиль обрѣзаютъ такъ, чтобы получалось ровно, безъ острыхъ или одностороннихъ роговъ пламя. Высота пламени хорошо заправленной лампы должна быть равна приблизительно 50 мм.

Передъ опытомъ заправленную лампу взвѣшиваютъ. Четверть часа спустя послѣ заправленія лампы дѣлается первое фотометрическое измѣ-

реніе (измѣряется сила свѣта плоской стороны пламени). Послѣ этого лампы оставляютъ горѣть приблизительно 9 часовъ, т. е. до тѣхъ поръ, пока не выгоритъ керосинъ до мѣтки. (Во время горѣнія нельзя измѣнять высоту свѣтильни). Тогда производятъ второе фотометрическое измѣреніе.

При этихъ опредѣленіяхъ, если керосинъ содержитъ много высококипящихъ порцій, и если онъ вязокъ, замѣчается довольно сильное паденіе силы свѣта. Небольшое уменьшеніе силы свѣта при продолжительномъ горѣніи замѣчается всегда. Это уменьшеніе силы свѣта и укороченіе длины пламени происходитъ отъ двухъ причинъ: 1) вслѣдствіе пониженія уровня керосина въ резервуарѣ увеличивается высота, на которую долженъ подыматься керосинъ; это имѣетъ особенно большое значеніе для керосиновъ вязкихъ, 2) вслѣдствіе появленія на свѣтильнѣ нагара—кокса, который частью образуется изъ вещества свѣтильни, частью на счетъ керосина. Керосинъ, имѣющій много высококипящихъ фракцій, даетъ въ обыкновенныхъ лампахъ сравнительно много кокса, вслѣдствіе чего пламя черезъ нѣсколько часовъ дѣлается ниже и не такъ свѣтло. Количество керосина, сгорающаго въ единицу времени, обыкновенно уменьшается вмѣстѣ съ увеличеніемъ времени горѣнія, а трата керосина на единицу свѣта при этомъ увеличивается, такъ какъ съ увеличеніемъ количества нагара на свѣтильнѣ условія горѣнія становятся менѣе благоприятными. Подъ конецъ опыта лампа взвѣшивается вновь. Зная количество сгорѣвшаго въ теченіи опыта керосина и среднюю изъ наблюденныхъ величинъ для силы свѣта, опредѣляютъ трату керосина на часъ—свѣчу.

Полезно бываетъ опредѣлить количество нагара на свѣтильнѣ, для чего по окончаніи опыта нагаръ снимаютъ и взвѣшиваютъ. При этомъ наблюдается, что, чѣмъ больше количество нагара, тѣмъ больше и уменьшеніе силы свѣта при продолжительномъ горѣніи.

Объ опредѣленіи силы свѣта см. анализъ свѣтильнаго газа (стр. 84).

Нормы испытанія керосина и пиронафта.

Керосинъ — безцвѣтная, или желтоватая, прозрачная, слабо флуоресцирующая снѣговатымъ цвѣтомъ, нейтральная жидкость уд. в. 0,819—0,827, характернаго запаха, смѣшивающаяся съ бензиномъ и эфиромъ во всѣхъ пропорціяхъ, довольно трудно растворяющаяся въ спиртъ, нерастворимая въ водѣ.

Уд. в. керосина не долженъ быть выше 0,827 при 15° С.

При пробѣ на нейтральность отстоявшаяся водяная жидкость не должна измѣняться въ цвѣтъ.

При пробѣ съ серной кислотой отстоявшаяся кислота можетъ оставаться безцвѣтной или, оставаясь прозрачною, окрашиваться въ желтова-

Результаты исследования некоторых сортов керосина¹⁾.

Сортъ керосина.	Удельный вѣсъ при 15°	Температура пенныки	Проба перегонкой въ объемныхъ %								Удельная вязкость при 20°	Трата керо- сина на одну Гейзеров- скую свѣчу—часть
			до	отъ	отъ	отъ	отъ	отъ	отъ	выше		
			150°	150 до 175	175 до 200	200 до 225	225 до 250	250 до 275	275 до 300	300°		
Американскій керосинъ Water White.	7903	39	—	11	21,1	19,5	16,8	13,1	9,4	9,0	1,69	К 3,6 R 4,2
Американскій керосинъ Standard White.	8001	27	10,9	13,4	12,0	8,9	8,8	10,6	12,3	22,0	1,89	К 3,65 R 3,8
Русскій керосинъ „Метеоръ“ .	8003	34,5	1,2	16,0	24,0	17,0	13,0	11,5	7,0	8,0	1,46	К 3,55 R 3,1
Русскій керосинъ „Нобель“ . .	8240	33,5	2,0	14,0	18,0	17,6	17,9	14,3	8,0	8,0	1,69	К 3,85 R 3,05
Галиційскій керосинъ	8091	31,0	3,0	12,7	14,0	14,9	17,0	15,8	10,2	12,0	1,80	К 3,7 R 3,07
Нѣмецкій керосинъ	8098	32,0	2,6	12,6	13,6	14,9	17,6	16,0	11,0	11,5	1,82	К 3,9 R 3,0

К — горѣлка Kosmos 14^{'''}.

R — горѣлка Reform 14^{'''}.

¹⁾ по Post's Chemisch-Technische Analyse.

тый, красноватый или свѣтлобурый цвѣтъ, но темно-красно-бураго окрашиванія у ней не должно быть. Остатокъ же слой керосина долженъ быть прозраченъ и не можетъ измѣняться въ цвѣтъ.

При испытаніи на удовлетворительность очистки щелочью керосинъ долженъ быть оцѣненъ балломъ не ниже 2.

При испытаніи въ аппаратѣ Абеля-Пенскаго вспышка керосина не должна быть ниже 28°C при 760 мм. давленія.

При перегонкѣ керосина въ колбѣ, первыя капли дистиллата не должны отходить ниже 125° и затѣмъ, при постепенномъ подъемѣ температуры, 80% изслѣдуемаго керосина должны перегоняться въ интервалѣ до 270°C , оставляя не болѣе 20% жидкости, кипящей выше 270°C .

Неперегнанный остатокъ, вылитый въ платиновую, предварительно прокаленную и затѣмъ взвѣшенную чашку, послѣ ненаренія на песчаной банѣ и прокаливанія не долженъ оставлять болѣе 3 мгр. минерального остатка на 250 гр. керосина.

Цвѣтъ керосина не долженъ быть ниже 2,5 марки по шкалѣ Штаммера.

Керосинъ долженъ горѣть въ хорошо заправленныхъ лампахъ съ плоскими горѣлками, принятыхъ за нормальныя, ровнымъ свѣтомъ, безъ вспышекъ, запаха и копоти. Послѣ спаденія уровня керосина въ резервуарѣ на 80 мм. и при фитилѣ, остающемся погруженнымъ въ керосинъ на 30 мм., свѣтъ не долженъ превышать 20% первоначальной свѣтосилы, опредѣляемой фотометрическимъ измѣреніемъ.

Пиронафтъ, блѣдножелтоватая, нейтральная, выше 200°C кипящая жидкость уд. в. 0,850—0,865, слабого, керосинъ напоминающаго запаха, смѣшивающаяся съ бензиномъ и эфиромъ во всехъ пропорціяхъ, образуетъ прозрачныя растворы, трудно растворяющаяся въ 90% спиртѣ, нерастворимая въ водѣ.

Пиронафтъ долженъ выдерживать пробы, изложенныя при описаніи керосина, съ слѣдующими исключеніями:

Уд. в. его не долженъ выходить изъ предѣла 0,850—0,865.

Пиронафтъ не подвергается изслѣдованію перегонкой.

Вспышка пиронафта не должна быть ниже 98°C при опредѣленіи ея въ приборѣ Маргенсъ-Пенскаго.

Для отличія пиронафта, какъ совершенно безопаснаго освѣтительнаго масла, отъ огнеопаснаго керосина, нѣкоторые заводчики выпускаютъ его на рынокъ, окрашеннымъ въ ярко-красный цвѣтъ.

Смазочныя масла.

Въ настоящее время для смазки машинъ употребляются почти исключительно нефтяныя масла, потому что они при своей дешевизнѣ очень трудно летучи, огнебезопасны и вмѣстѣ съ тѣмъ вязки и не окисляются на воздухѣ. Но и до сихъ поръ находятъ еще нѣкоторое употребленіе, въ качествѣ смазывающихъ матеріаловъ, растительныя масла, или смѣси растительныхъ маселъ съ минеральными—нефтяными.

Достоинство смазочнаго масла опредѣляется слѣд. качествами: 1) оно должно уменьшать по возможности треніе, 2) не терять своихъ свойствъ, какъ смазочнаго матеріала, при продолжительномъ соприкосновеніи съ воздухомъ, 3) не оказывать никакого химическаго дѣйствія на трующіяся части, 4) быть огнебезопаснымъ.

Найти смазочное масло, которое удовлетворяло бы первому условію во всѣхъ возможныхъ машинахъ, невозможно, потому что машины работаютъ при самыхъ разнообразныхъ условіяхъ: однѣ, напримѣръ, имѣютъ большую нагрузку, но тихій ходъ, другія малую нагрузку, но быстрый ходъ; однѣ работаютъ при высокой температурѣ, другія при низкой. Поэтому приходится для каждаго случая подбирать подходящее смазочное масло.

Для рѣшенія вопроса о качествѣ смазочнаго матеріала обыкновенно опредѣляютъ его удѣльный вѣсъ, вязкость, температуру вспышки и измѣненіе консистенціи при пониженіи температуры.

Объ опредѣленіи удѣльнаго вѣса см. керосинъ.

Вязкость опредѣляется вискозиметромъ Энглера (рис. 28), который состоитъ изъ вызолоченнаго внутри сосуда *A* съ крышкой *A₁*. Сосудъ этотъ въ центрѣ два вмѣстѣ платиновую трубочку *a*, 20 мм. длиной и шириной сверху 2,9 мм., внизу 2,8 мм. Отверстіе трубочки заткнута деревянной палочкой. На стѣнкахъ этого сосуда для указанія уровня, до котораго наливается испытуемое масло (240 к. с.), и для установки всего прибора въ горизонтальной плоскости приделаны 3 острія на одинаковой высотѣ отъ дна. Сосудъ *A* находится внутри другого сосуда *B*, служащаго баней, при помощи которой испытуемое масло поддерживается при постоянной температурѣ. Мѣрная колба *C*, съ мѣтками 200 и 240 к. с. подставляется подъ отверстіе вискозиметра, и въ нее течетъ или изливается испытуемое масло, или вода, съ которой сравнивается масло.

Отношеніе времени истеченія (Viscosität) опредѣленнаго объема масла въ секундахъ при 50° С (V_{50}^0) къ времени истеченія такого же объема воды при 20° С (V_{20}^0) называется удѣльной или относительной вяз-

костью

$$\frac{V_{50}^{0.50}}{V_{20}^{0.20}} = V_{sp},$$

гдѣ V_{sp} . (Specifische Viscosität)— удѣльная вязкость.

Такимъ образомъ, для того, чтобы опредѣлить вязкость какого-либо масла, необходимо сдѣлать слѣдующія 2 опредѣленія: 1) опредѣлить время,

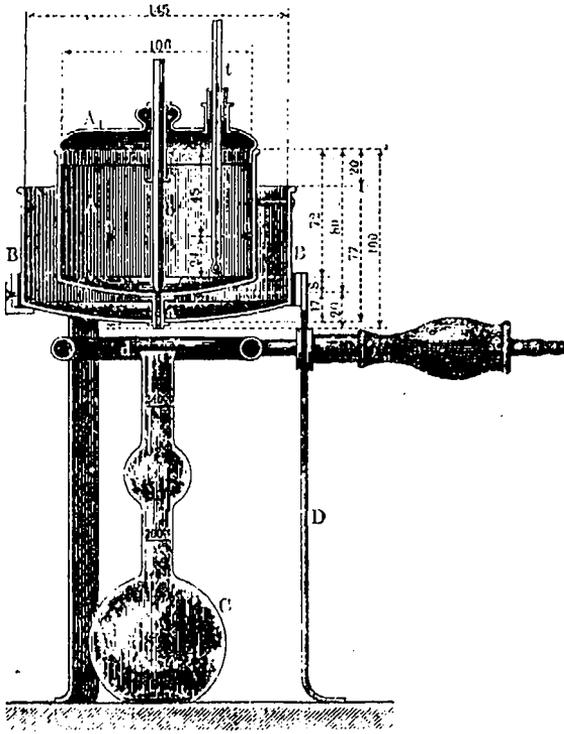


Рис. 28.

нужное для вытекания какого-либо объема (обыкновенно 240 куб. с. или 200 к. с.) воды при температурѣ 20° С, 2) опредѣлить время вытекания того же объема масла при 50° С.

Передъ опытомъ внутренній сосудъ *A* споласкивается сначала эфиромъ, затѣмъ спиртомъ и, наконецъ тщательно промывается водой. Особенное вниманіе необходимо обратить на чистоту трубочки *a*. Для производства опыта наливають въ мѣрительную колбу *C* 240 к. с. профильтрованной дистиллированной воды, имѣющей температуру 20° С; воду затѣмъ переливаютъ въ сосудъ *A*, при чемъ уровень воды въ сосудѣ *A* долженъ достигать островья. Въ сосудѣ *B* наливается вода, имѣющая ту же, 20° С, температуру. Установивъ приборъ горизонтально и убѣдившись,

что температура воды отвѣчаетъ ровно 20°C , и что жидкость совершенно покойна, подставляють подъ отверстие трубочки *a* измерительный сосудъ, приподнимають рукой запирающую отверстие сосуда *A* деревянную налочку и пускають въ ходъ секундомѣръ. Какъ только въ измерительной колбѣ *C* уровень жидкости дойдетъ до черты, отвѣчающей 200 к. с., секундомѣръ останавливаютъ и отсчитываютъ по нему время, потребовавшееся для вытекания 200 к. с. При правильно построенномъ приборѣ время это колеблется между 51 - 53 секундами. Среднее время, принимаемое за единицу для сравненія, должно быть определено по крайней мѣрѣ изъ трехъ наблюдений, отличающихся другъ отъ друга не болѣе, какъ на 0,5 секунды.

Для опредѣленія вязкости масла аппаратъ слѣдуетъ вымыть спиртомъ и эфиромъ, дать хорошенько обсохнуть и окончательно сполоснуть тѣмъ масломъ, вязкость котораго опредѣляется. Приготовленный такимъ образомъ приборъ наполняютъ изъ мѣрной колбы предварительно подогрѣтымъ до $70-100^{\circ}\text{C}$ масломъ до отверстія, а наружный сосудъ водой, нагрѣтой до 50°C . Вращеніемъ крышки со вставленнымъ въ нее термометромъ тщательно перемѣшиваютъ масло и, когда температура его и температура воды въ наружномъ сосудѣ уравниваются, сдѣлавшись только на $0,1-0,2^{\circ}$ больше 50° , приборъ оставляють въ покой. Когда температура масла въ сосудѣ *A* сдѣлается равной 50° , осторожно, не тряся прибора, вынимають деревянную налочку и опредѣляютъ въ секундахъ время истеченія 200 к. с. масла.

Для опредѣленія вязкости изслѣдуемое масло должно быть профильтровано черезъ мелкое сито.

При опредѣленіи времени истеченія масла при температурѣ 100° или выше, въ сосудѣ *B*, вмѣсто воды, наливаютъ тяжелое нефтяное нагрѣтое масло.

Если время истеченія масла, нагрѣтаго до 50°C , оказалось, напримеръ, равнымъ 270 сек., время же истеченія воды при 20° для прибора равно 51 сек., то удѣльная вязкость масла равна $\frac{270}{51} = 5,29$. Это частное иногда называется градусами Энглера.

Измѣненіе констанціи при пониженіи температуры.

При пониженіи температуры смазочныя масла дѣлаются обыкновенно болѣе вязкими и переходять изъ жидкаго состоянія въ мазиобразное и даже твердое. У минеральныхъ маселъ это имѣетъ мѣсто вслѣдствіе присутствія парафина; масла, въ которыхъ его много, обыкновенно легко при низкой температурѣ становятся твердыми. Такое затвердѣніе масла

въ нѣкоторыхъ случаяхъ является большимъ недостаткомъ. Очень простой способъ узнать достоинство въ этомъ отношеніи смазочнаго матеріала состоитъ въ слѣдующемъ. Испытуемое масло, предварительно освобожденное отъ слѣдовъ воды нагрѣваніемъ, наливаютъ въ пробирку, діаметромъ 2 сантиметра, до черты, находящейся на разстояніи 3-хъ сантиметровъ отъ дна пробирки, и держатъ пробирку при той температурѣ, при которой желаютъ испытать масло, въ теченіе часа; затѣмъ, быстро вынувъ пробирку изъ охлаждающей смѣси, наклоняютъ ее, и смотрятъ, какую консистенцію приняло масло: будетъ ли оно жидкимъ, или мазеподобнымъ, или совершенно затвердѣло.

Опредѣленіе температуры вспышки.

Смазочныя масла должны давать пары только при сильномъ нагрѣваніи, такъ какъ, въ противномъ случаѣ, составъ ихъ и, слѣдовательно, свойства могли бы сильно измѣняться при ихъ употребленіи вслѣдствіе выдѣленія болѣе легко летучихъ веществъ. Кромѣ того масло, легко дающее пары, сильно портитъ воздухъ въ машинномъ помѣщеніи, да и само такое масло будетъ огнеопаснымъ.

Нѣкоторое представленіе объ этой способности масла испаряться даетъ опредѣленіе температуры вспышки, которое производится или въ открытомъ тиглѣ, или въ закрытомъ. Цифры для температуры воспламененія, полученные въ этихъ 2 случаяхъ, никогда не бываютъ одинаковыми, что зависитъ отъ того, что въ то время, какъ въ открытомъ тиглѣ образующіеся медленно въ маломъ количествѣ пары улетаютъ и поэтому могутъ быть обнаружены только тогда, когда они начинаютъ образовываться въ большемъ количествѣ, въ закрытомъ даже небольшое количество выдѣлившихся паровъ не диффундируетъ въ окружающій воздухъ, и легко можетъ быть доказано по воспламененію при соприкосновеніи ихъ съ огнемъ. Такимъ образомъ цифры, полученные въ открытомъ тиглѣ, всегда бываютъ выше. Такъ какъ опредѣленія въ открытомъ тиглѣ по Бренкелю проще по выполнению, не требуютъ специальныхъ аппаратовъ и даютъ результаты, вполне достаточныя для сужденія о достоинствѣ смазочнаго масла, то такія опредѣленія обыкновенно и производятся.

Въ цилиндрической фарфоровый глазурированный тигель а (рис. 29), 4 см. высотой и 4 см. діам., наливаютъ слой испытуемаго масла около 1 ст. высотой. Тигель стоитъ на слой песка въ 1,5 ст. толщиной, насыпаннаго на дно желѣзной полушарообразной чашки, діаметромъ 18 ст. Въ масло погруженъ шарикъ термометра С; *g* маленькая газовая горѣлка. Поставивъ тигель съ масломъ на песокъ, начинаютъ подогревать чашку. Вблизи отъ предполагаемой температуры вспышки нагрѣваніе ведутъ такъ,

чтобы температура исследуемого масла в минуту повышалась не меньше, чемъ на 2° , и не больше, чемъ на 5° . Затѣмъ, зажгши горѣлку *g* и установивъ пламя длиной въ 10 мм., ведутъ взадъ и впередъ горѣлку попереку тигля (какъ указано пунктиромъ) (рис. 30) съ такой быстротой,

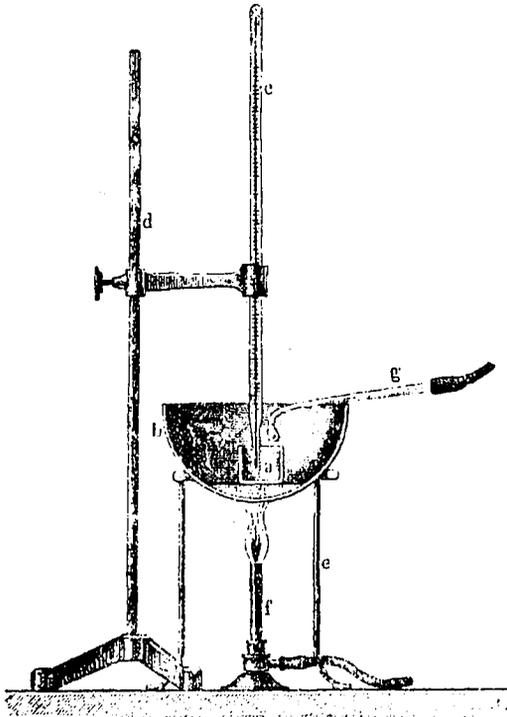


Рис. 29.

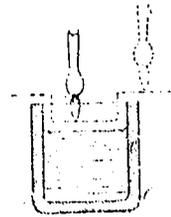


Рис. 30.

чтобы весь этотъ путь былъ пройденъ въ 4 секунды¹⁾. Пламя при этомъ не должно касаться поверхности масла, а быть отъ нея на разстояніи 2 - 3 мм. До 145° такія пробы производятся черезъ каждые 5 градусовъ, а выше 145° черезъ каждый градусъ. Температурой вѣшенки будетъ та температура, при которой поверхность масла при приближеніи пламени на мнovenье воспламенится, или произойдетъ маленькій взрывъ. Опредѣленіе это лучше производить въ полутемной комнатѣ.

Опредѣленіе температуры вѣшенки въ аппаратѣ Мартенсъ-Пенскаго.

Опредѣленія температуры вѣшенки при помощи аппарата Мартенсъ-Пенскаго (рис. 31) производятся при изслѣдованіи болѣе легко летучихъ

¹⁾ При другихъ размѣрахъ тигля время движенія горѣлки въ секундахъ должно равняться диаметру тигля въ сантиметрахъ.

масель. Идея этого аппарата такова же, что и аппарата Абея-Пенскаго. Въ сосудъ *E* наливается испыдуемое масло до опредѣленнаго уровня. Черезъ крышку, снабженную заслонкой, проходитъ мѣшалка, приводимая въ движеніе отъ руки, и термометръ, погружаемый въ масло. Сосудъ *E* находится въ желѣзной воздушной банѣ, которая защищена отъ сильнаго лученосканиа колоколомъ *L*. Нагрѣваніе производится при помощи тройной горѣлки *H*. Когда температура достигнетъ 100° , приводится въ движеніе мѣшалка. Начиная со 120° , пробуютъ, не образовались-ли горючіе газы совершенно такъ же, какъ и при аппаратѣ Абея-Пенскаго (см. керосинъ). Нагрѣваніе масла до 100° ведется такъ, чтобы повышеніе температуры испытуемаго масла не шло быстрѣе 1°C въ 3 секунды; начиная со 100° повышеніе температуры должно быть не болѣе $1-1,5^{\circ}\text{C}$ въ минуту.

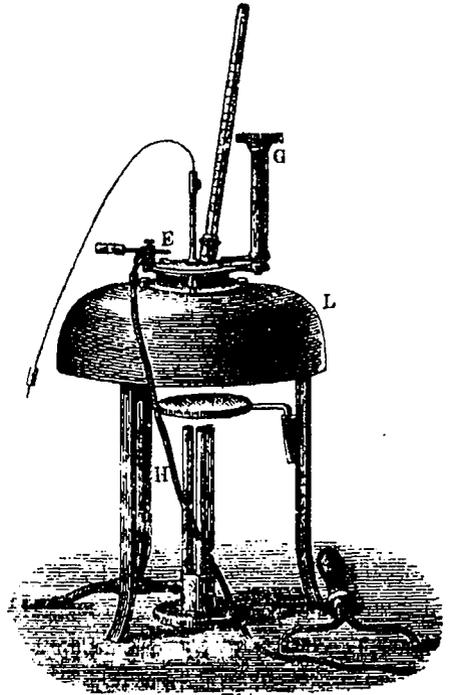


Рис. 31.

Для опредѣленія нейтральности смазочныхъ масель поступаютъ точно такъ же, какъ указано при керосинѣ, съ той однако разницею, что отмѣренный объемъ масла, въ зависимости отъ его густоты, смѣшиваютъ съ равнымъ или двойнымъ объемомъ бензина. Въ случаѣ присутствія слѣдовъ ($0,0001\%$) сѣрной кислоты водный растворъ метилоранжа окрашивается въ рѣзко замѣтный гвоздично-красный цвѣтъ.

Испытаніе на удовлетворительность очистки щелочью производится слѣдующимъ образомъ: произвольно взятыя объемы масла и ѣдкаго натра уд. в. 1,014 кипятятъ въ колбѣ въ теченіе трехъ минутъ при постоянномъ побалтываніи для предупрежденія толчсовъ и разбрызгиванія и потомъ помѣщаютъ въ водяную баню, нагрѣтую до $70-80^{\circ}$. Смѣсь должна скоро отстывать, образуя прозрачный верхній слой масла и прозрачный, или лишь слабо опалесцирующій нижній водный слой щелочнаго раствора. Отдѣленный и профильтрованный водный слой испытывается такъ же, какъ и при керосинѣ.

Определение содержания нефтяных кислотъ, канфоли, мыла и т. п.

Смѣсь 30 к. с. испытуемаго масла, 10 к. с. 90% спирта, 2-хъ капель спиртоваго раствора фенолфталеина (1:100) и опредѣленнаго для каждаго образца масла объема спиртоваго раствора $\frac{1}{10}$ нормальной ѣдкой щелочи нагревають въ цилиндръ съ прицифрованной пробкой на водяной банѣ до 50° при взбалтываніи въ теченіе 3-хъ минутъ. Отстоявшійся спиртовой слой долженъ быть окрашенъ въ замѣтный красный цвѣтъ.

Иногда къ минеральнымъ смазочнымъ масламъ ради, главнымъ образомъ, увеличенія ихъ вязкости прибавляютъ канфоль, жирныя масла, но преимуществу едѣлавшіяся густыми вълѣдствіе продуванія черезъ нихъ, при нагреваніи, воздуха, мыла и, кромѣ того, масла, получаемыя при сухой перегонкѣ смоль (напр., канфоли) или нѣкоторые пороги каменноугольной смолы.

Такъ какъ канфоль представляетъ изъ себя вещество съ большимъ кислотнымъ числомъ—150 (см. растительныя масла), то подозрѣвать ея присутствіе въ смазочномъ маслѣ можно только въ томъ случаѣ, если оно само имѣетъ высокое кислотное число (для свѣтлыхъ маселъ выше 0,3, для темныхъ выше 4). Въ противномъ случаѣ нѣтъ никакого основанія производить даже качественную реакцію. Въ случаѣ же высокаго кислотнаго числа для качественного открытія канфоли нѣсколько кубическихъ сантиметровъ масла взбалтываютъ при нагреваніи съ равнымъ объемомъ 70 проц. спирта; послѣ охлажденія спиртовой слой отдѣляютъ и выпариваютъ. Остатокъ отъ выпариванія въ случаѣ присутствія канфоли имѣетъ видъ смолистой клейкой массы и даетъ реакцію Моравскаго, т. е., если его растворить въ 1 к. с. уксуенаго ангидрида и затѣмъ, прибавить каплю сѣрной кислоты уд. в. 1,530, то появляется краснофіолетовое окрашиваніе. Смолистыя вещества, обычно присутствующія въ неподвижномъ маслѣ, даютъ желтоватое или буроватое окрашиваніе.

Такъ какъ въ хорошемъ смазочномъ маслѣ не должно быть ни слѣда канфоли то, большой частью нѣтъ никакой нужды производить количественное ея опредѣленіе, а масло, въ случаѣ ея присутствія, просто признается негоднымъ.

Присутствіе мыла открывается слѣдующей качественной реакціей. Если масло взболтать съ водой, то, въ случаѣ присутствія въ немъ щелочныхъ мылъ, оно даетъ клейкую эмульсію. Отъ эмульсіи, образовавшейся отъ другихъ причинъ, данная эмульсія отличается, во первыхъ, тѣмъ, что пропадаеть, если къ ней прибавить какой либо минеральной кислоты, и, во вторыхъ, тѣмъ, что, какъ она сама, такъ и водный растворъ ея, легко подвергается гидролизу, вълѣдствіе чего образуется свободная щелочь, окрашивающая фенолфталеинъ въ красный цвѣтъ.

Для количественнаго опредѣленія мыла поступаютъ слѣдующимъ образомъ. 10 к. с. изслѣдуемаго масла растворяютъ въ дѣлительной воронкѣ съ краномъ въ 40—60 к. с. петролейнаго эфира и взбалтываютъ со слабой соляной кислотой. Кислоты берется такое количество, чтобы послѣ взбалтыванія водный нижній слой имѣлъ ясную кислую реакцію. Затѣмъ, нижній слой спускаютъ и промываютъ водой оставшійся верхній слой нѣсколько разъ до тѣхъ поръ, пока вода не будетъ имѣть кислой реакціи. Мыла, которыя были примѣшаны къ смазочному маслу, при вышеуказанной обработкѣ разложатся и дадутъ свободныя жирныя кислоты, которыя растворятся въ петролейномъ эфирѣ. Если теперь опредѣлнить кислотныя числа этого раствора въ петролейномъ эфирѣ и взятаго для изслѣдованія масла, то по разности ихъ можно будетъ узнать количество мыла. Опредѣленіе кислотнаго числа описано при жирахъ. Вычисленіе количества мыла ведется въ предположеніи, что жирныя кислоты, выдѣленные изъ него, имѣютъ молекулярный вѣсъ 275.

Примѣръ. Предположимъ, что при опредѣленіи кислотнаго числа изслѣдуемаго смазочнаго масла на 10 куб. с. его пошло 2,5 к. с. децинормальн. *КОН*, а послѣ обработки соляной кислотной тѣ же 10 к. с. (находящейся въ растворѣ въ петролейномъ эфирѣ) потребовали 17,8 к. с. того же раствора *КОН*. Допустимъ далѣе, что въ кислотной водной вытяжкѣ былъ найденъ натрій. Тогда молекулярный вѣсъ мыла будетъ равенъ $274 + 23 = 297$ ¹⁾ и, значитъ, 1 к. с. децинормальнаго раствора *КОН* отвѣчаетъ 0,0927 гр. мыла и въ 10 к. с. масла было $(17,8 - 2,5) \times 0,0297 = 0,454$ гр. Зная удѣльный вѣсъ изслѣдуемаго смазочнаго масла можно выразить въ % содержаніе въ немъ мыла.

Для открытія присутствія въ минеральныхъ смазочныхъ маслахъ растительныхъ маселъ пользуются слѣдующей реакціей. 3—4 куб. сант. смазочнаго масла въ пробиркѣ нагреваютъ на параффиновой или масляной банѣ $\frac{1}{4}$ часа до 230—250° съ кусочкомъ вѣдкаго натра величиной съ горошину. Затѣмъ вынимаютъ пробирку изъ бани и даютъ ей спокойно охладиться.

Въ случаѣ присутствія въ минеральномъ смазочномъ маслѣ растительныхъ маселъ при нагреваніи замѣчается появленіе на поверхности пѣны, а при охлажденіи застываніе всего содержимаго пробирки въ желатинообразную массу. По Хольде эта проба даетъ возможность обнаружить при свѣтлыхъ минеральныхъ маслахъ до 0,5% жирнаго масла, при темныхъ—2% и при цилиндровыхъ 1%.

¹⁾ Натрій при образованіи мыла замѣщаетъ въ жирной кислотѣ одинъ атомъ водорода.

Если является необходимымъ опредѣлить количественно жирное масло, то поступаютъ двояко въ зависимости отъ того, сколько растительнаго масла подвергнуто.

При маломъ его количествѣ опредѣляютъ число омыленія, для чего къ 5—10 гр. масла въ колбочкѣ съ обратнымъ холодильникомъ прибавляютъ 25 к. с. полунормальнаго спиртового ѣдкаго кали и 25 к. с. бензола и нагреваютъ на водяной банѣ до слабаго кипѣнія около 30 минутъ. Послѣ охлажденія оттитровываютъ избытокъ щелочи полунормальной соляной кислотой. Индикаторъ— фенолфталеинъ. При вычисленіи принимается во вниманіе кислотное число (см. выше). Чтобы по количеству потраченной щелочи опредѣлить количество растительныхъ маселъ, для нихъ принимаютъ число омыленія равнымъ 185.

Напр., если число омыленія было найдено 15,3, то это будетъ означать $\frac{15,3 \times 100}{185} = 8,3\%$ жира.

Въ виду того, что къ смазочнымъ масламъ иногда примѣшивается жиръ изъ овечьяго пота, что легко узнается по своеобразному его запаху, то, въ случаѣ его присутствія, за число омыленія принимается 102 (105).

При большомъ количествѣ растительныхъ маселъ болѣе удобно опредѣлить количество неомыляемыхъ веществъ, первыя же опредѣляются въ такомъ случаѣ изъ разности. 7—10 гр. смазочнаго масла омыляютъ, какъ указано выше, 50 к. с. полунормальнаго спиртового раствора ѣдкаго кали. Полученный продуктъ извлекаютъ въ дѣлительной воронкѣ петролейнымъ эфиромъ нѣсколько разъ. Тогда въ петролейный эфиръ перейдетъ только то, что не омылилось (минеральное масло). Изъ полученныхъ такимъ образомъ вытяжекъ отгоняютъ на водяной банѣ петролейный эфиръ и взвѣшиваютъ остатокъ. Разность въ вѣсѣ между взятымъ количествомъ смазочнаго масла и полученнымъ остаткомъ дастъ количество растительнаго масла (правильнѣе — всего, что можетъ омыляться). Въ случаѣ присутствія жира изъ овечьяго пота, находящагося въ немъ высшіе спирты, не способные омыляться, при описанномъ только что методѣ будутъ находиться вмѣстѣ съ неомыляемой частью. Для того, чтобы ихъ отдѣлить отъ собственно минеральнаго смазочнаго масла, полученный неомыляемый остатокъ кипятятъ 2 часа съ обратнымъ холодильникомъ съ двойнымъ объемомъ уксуснаго ангидрида, при этомъ все высшіе спирты даютъ уксусные эфиры, растворимые въ уксусномъ ангидридѣ. По окончаніи нагреванія вещество охлаждаютъ, отдѣляютъ минеральное масло при помощи дѣлительной воронки отъ уксуснаго ангидрида и взвѣшиваютъ. Нужно имѣть въ виду при вычисленіи, что минеральное масло все таки нѣсколько (3—5%) растворимо въ уксусномъ ангидридѣ.

Въ виду того, что минеральныя масла обладаютъ способностью прогоркать, что сопровождается образованіемъ свободныхъ кислотъ, могущихъ разъѣдать металлическія части смазываемыхъ машинъ, подмѣсь къ минеральнымъ смазочнымъ масламъ различныхъ жировъ признается обыкновенно не желательной. Впрочемъ, иногда приходится, ради специальныхъ свойствъ жировъ, пользоваться ими, какъ смазывающимъ матеріаломъ. Такъ, для смазыванія сильно нагреваемыхъ частей машинъ (паровыхъ цилиндровъ у локомотивовъ и паровыхъ двигателей) иногда предпочитаютъ жиры, имѣющіе очень высокую температуру вспышки. минеральнымъ масламъ. Для смазыванія часовъ и научныхъ инструментовъ употребляется также косяное масло, которое, будучи очень тщательно очищено, прогоркаетъ лишь съ большимъ трудомъ.

Какъ указано выше, къ минеральнымъ смазочнымъ масламъ, особенно къ низкимъ ихъ сортамъ, иногда примѣшиваютъ смоляное масло и разные пороги каменноугольной смолы.

Въ виду того, что смоляное масло добывается при сухой перегонкѣ капифоли, оно обыкновенно содержитъ довольно значительное (до 30%) количество смоляныхъ кислотъ, которыя увлекаются масломъ при самомъ его добываніи. Вслѣдствіе этого смоляное масло отличается значительнымъ кислотнымъ числомъ и показываетъ реакцію Моравскаго (см. выше при открытіи капифоли). Кроме того его присутствіе (до 1%) можно открыть по тому, что если взболтать смазочное масло, подмѣшанное смолянымъ (5 к. с.), съ равнымъ объемомъ сѣрной кислоты уд. в. 1,6, то кислота окрашивается въ красный цвѣтъ. Наконецъ, такое масло вращаетъ плоскость поляризаціи вправо, чистое же минеральное масло обыкновенно бываетъ оптически недѣйствительно.

Для опредѣленія вращенія плоскости поляризаціи пользуются поляриметрами (см. сахаръ), темныя смазочныя масла при этомъ необходимо обезцвѣтить при помощи животнаго угля.

Что касается примѣсь пороховъ каменноугольной смолы, то ихъ присутствіе узнается легко по характерному креозотному запаху и по тому, что они растворяются сполна въ холодномъ спиртѣ и въ кристальной сѣрной кислотѣ при нагреваніи на водяной банѣ.

Нормы испытанія очищенныхъ смазочныхъ маселъ.

Веретенное масло.

Прозрачная желтаго цвѣта, почти безъ запаха, нейтральная маслянистая жидкость уд. в. 0,895 -- 0,905° при 15° С., смѣшивающаяся съ бензиномъ во всѣхъ пропорціяхъ, образуя прозрачныя растворы.

При пробѣ на нейтральность допускается появленіе желтоватаго окраиванія съ метилоранжемъ.

При испытаніи на удовлетворительность оцетки щелочью допускается появленіе муты, оцѣиваемой балломъ 3.

Масло можетъ имѣть лишь очень слабый нефтяной запахъ.

При испытаніи на содержаніе нефтяныхъ кислотъ при прибавленіи 1 к. с. децинормального спиртоваго раствора ѣдкаго натра, отстоявшійся спиртовый слой долженъ быть окрашенъ въ красный цвѣтъ.

При наклонѣ пробирнаго цилиндра съ охлажденнымъ до -15° С. масломъ, уровень жидкости долженъ въ теченіе 1 минуты принимать горизонтальное положеніе.

Цвѣтъ масла не долженъ быть менѣе 41 мм., если въ колориметръ вставлены 2 стекла *StV + PIV* (по колориметру Штаммера).

Относительная вязкость по Энглеру $\frac{V_{50}^0}{V_{20}^0} = 2,4 - 3,0$.

Вспышка масла не должна быть ниже 150° С при опредѣленіи по способу Бренкена.

Машинное масло.

Буровато-желтая, густоватая, почти безъ запаха, болѣе или менѣе прозрачная, нейтральная маслянистая жидкость уд. в. 0,904 — 0,911 при 15° С, смѣшивающаяся съ бензиномъ во всѣхъ пропорціяхъ, образуя прозрачныя или лишь слабо мутноватыя растворы, должна выдерживать всѣ пробы, изложенныя при описаніи веретеннаго масла, съ нижеприведенными измѣненіями:

При испытаніи на содержаніе нефтяныхъ кислотъ берется 6 к. с. децинормального раствора щелочи.

При наклонѣ пробирки съ масломъ, охлажденнымъ до -10° С., уровень жидкости долженъ въ теченіе 1 минуты принимать горизонтальное положеніе.

Вспышка масла не должна быть ниже 180° С при опредѣленіи по способу Бренкена.

Цвѣтъ масла не долженъ быть менѣе 16,5 мм. (*StW + PW*).

Относительная вязкость по Энглеру $\frac{V_{50}^0}{V_{20}^0} = 6,0 - 7,5$.

Цилиндровое масло для паровыхъ машинъ средняго давленія.

Желтовато- или красновато-бурая, болѣе или менѣе прозрачная, густая нейтральная жидкость уд. в. 0,910—0,920 при 15° С., смѣшивающаяся съ бензиномъ во всѣхъ пропорціяхъ, образуя болѣе или менѣе прозрач-

ные растворы, удовлетворяющая всѣмъ требованіямъ, изложеннымъ при описаніи веретеннаго масла, съ нижеслѣдующими замѣненіями:

При пробѣ на присутствіе нефтяныхъ кислотъ берется 12 к. с. дель-нормальнаго спиртоваго раствора ѣдкой щелочи.

При наклоненіи пробирки съ масломъ, охлажденномъ до $+5^{\circ}\text{C}$, уровень жидкости долженъ по истеченіи 1 минуты принимать горизонтальное положеніе.

Относительная вязкость по Энглеру $\frac{V_{50}^{\circ}}{V_{20}^{\circ}}$ не менѣе 11,5.

Вспышка масла не должна быть ниже 210°C . при опредѣленіи по способу Бренкена.

Черное цилиндрическое масло для машинъ высокаго давленія.

Желеобразная почти безъ запаха, въ тонкомъ слоѣ красновато-бурая, просвѣчивающая, въ толстомъ—непрозрачная, почти черная, неподвижная, нейтральная, жирная на ощупь масса, смѣшивающаяся съ бензиномъ, образуя болѣе или менѣе мутные растворы.

Послѣ трехминутнаго медленнаго взбалтыванія въ раздѣлительной воронкѣ 30 к. с. расплавленнаго нагрѣваніемъ масла съ 60 к. с. бензина и 10 к. с. перегнанной воды, отстоявшуюся воду спускаютъ въ пробирный цилиндръ и фильтруютъ. Отъ прибавленія къ профильтрованной водѣ 1 капли воднаго раствора метилоранжа (1:1000) жидкость можетъ окрашиваться лишь въ желтоватый цвѣтъ.

При сожиганіи 10 гр. масла во взвѣшенномъ платиновомъ тиглѣ не должно получаться болѣе 0,050 гр. твердаго огнепостояннаго остатка.

Вспышка масла не должна быть ниже 300°C . при опредѣленіи по способу Бренкена.

Относительная вязкость по Энглеру $\frac{V_{100}^{\circ}}{V_{20}^{\circ}}$ не менѣе 3,30.

Вагонное масло (фильтрованная мазутъ).

Болѣе или менѣе густая, въ тонкомъ слоѣ просвѣчивающая, бурая, въ толстомъ—непросвѣчивающая темно-бурая, или зеленовато-бурая, или почти черная, маслянистая жидкость нефтянаго запаха, уд. в. 0,895—0,915 при 15°C ., смѣшивающаяся съ бензиномъ во всѣхъ пропорціяхъ.

Послѣ 2-минутнаго взбалтыванія въ стеклянкѣ съ притертой пробкой 30 к. с. мазута, 30 к. с. бензина, 10 к. с. перегнанной воды съ 1—2 каплями воднаго раствора метилоранжа (1:1000), отстоявшійся водный слой можетъ быть окрашенъ въ желтый, или лишь въ слабый красноватый цвѣтъ.

Послѣ 24-часового отстаиванія въ конической мензуркѣ съ дѣленіями хорошо перемѣшанной пробы 50 к. с. мазута съ 50 к. с. бензина или керосина, отстоявшійся водный слой не долженъ быть выше черты, обозначенной 0,8.

Вспышка мазута не должна быть ниже 70° С. при опредѣленіи въ аппаратѣ Мартенсъ-Пенскаго.

Мазутъ.

Болѣе или менѣе густая, въ тонкомъ слоѣ просвѣчивающая темно-бурая, въ толстомъ—непросвѣчивающая, темно-бурая или черная, почти нейтральная маслянистая жидкость слабо нефтяного запаха, уд. в. 0,910—0,915 при 15° С, смѣшивающая съ бензиномъ во всѣхъ пропорціяхъ, образуя почти прозрачные растворы бурого цвѣта.

При пробѣ съ метилоранжемъ, какъ при вагонномъ маслѣ, допускается появленіе желтоватаго окрашиванія, или лишь слабо красноватаго.

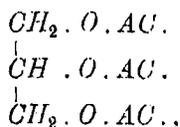
При наклонѣ пробнаго цилиндра съ масломъ, охлажденнымъ до 5° С., уровень жидкости въ теченіе минуты долженъ приходить въ горизонтальное положеніе.

Вспышка масла не должна быть ниже 130° С. при опредѣленіи по способу Бренкена.

Масла, жиры и воскъ.

Масла, жиры и воскъ въ природѣ находятся въ готовомъ состояніи въ растеніяхъ и животныхъ, поэтому они раздѣляются на жиры растительнаго царства и животнаго. Жиры и масла отличаются отъ воска тѣмъ, что въ то время, какъ первые представляютъ изъ себя сложные эфиры трехатомнаго спирта глицерина и жирныхъ кислотъ, воскъ состоитъ изъ сложныхъ эфировъ одноатомныхъ спиртовъ.

Такимъ образомъ въ жирахъ находятся соединенія общей формулы:



гдѣ AC обозначаетъ остатокъ какой нибудь жирной кислоты, напр. стеариновой $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{CO}$; въ составъ же воска входитъ главнымъ образомъ эфиръ мирицилового спирта $\text{C}_{30}\text{H}_{61} . \text{OH}$ и пальмитиновой кислоты $\text{C}_{15}\text{H}_{31} . \text{COOH}$, т. е. соединеніе состава $\text{C}_{16}\text{H}_{31} . \text{COOC}_{30}\text{H}_{61}$.

Въ виду того, что всё жиры, масла и воскъ не являются химическими индивидуумами, а представляютъ изъ себя довольно сложную смѣсь различныхъ соединений¹⁾, подробное и точное изученіе ихъ состава—дѣло очень трудное; тѣмъ не менѣе при помощи нижеописанныхъ методовъ можно, во первыхъ, идентифицировать данное масло, воскъ или жиръ и, во вторыхъ, что особенно важно, рѣшить вопросъ, фальсифицировано изслѣдуемое масло, или нѣтъ.

Что же касается выясненія того, чѣмъ фальсифицировано изслѣдуемое масло, то это дѣло очень трудное и часто разрѣшаемое только при помощи очень подробнаго и сложнаго его изслѣдованія.

Такъ какъ всё масла и жиры имѣютъ одну общую составную часть—глицеринъ и отличаются другъ отъ друга кислотами, которыя находятся въ соединеніи съ глицериномъ, то при изслѣдованіи жировъ играетъ большую роль изслѣдованіе тѣхъ кислотъ, которыя входятъ въ составъ маселъ.

При изслѣдованіи жировъ, маселъ и воска пользуются физическими и химическими методами; для тѣхъ же жировъ, которые предназначены для употребленія въ пищу, обращаютъ кромѣ того вниманіе на ихъ внѣшній видъ, запахъ (для этого небольшое количество масла растираютъ между ладонями или подогрѣваютъ съ поваренной солью) и, что особенно важно, на вкусъ.

Изъ физическихъ методовъ чаще всего примѣняется опредѣленіе удѣльнаго вѣса, температура плавленія и застыванія (особенно важно для кислотъ, полученныхъ изъ масла) и коэффициента преломленія, рѣже про-

¹⁾ Въ жирахъ и воскахъ могутъ находиться слѣдующія вещества:

Предѣльныя кислоты.

масляная $C_4H_8O_2$
 капроновая $C_6H_{12}O_2$
 каприловая $C_8H_{16}O_2$
 каприновая $C_{10}H_{20}O_2$
 лавриновая $C_{12}H_{24}O_2$
 миристиновая $C_{14}H_{28}O_2$
 пальмитиновая $C_{16}H_{32}O_2$
 стеариновая $C_{18}H_{36}O_2$
 арахидиновая $C_{20}H_{40}O_2$
 бегеновая $C_{22}H_{44}O_2$
 карнаубовая $C_{24}H_{48}O_2$
 меліссеновая $C_{30}H_{60}O_2$

Непредѣльныя кислоты.

кротоновая $C_4H_6O_2$
 гипогепиновая $C_{10}H_{20}O_2$
 фризетоловая $C_{16}H_{30}O_2$
 олеиновая $C_{18}H_{34}O_2$
 догминовая $C_{18}H_{36}O_2$
 эруковая $C_{22}H_{42}O_2$
 рициновая $C_{18}H_{34}O_2$
 рапиновая $C_{18}H_{34}O_2$
 льняная $C_{18}H_{32}O_2$
 линоленовая $C_{18}H_{30}O_2$
 изолиноленовая $C_{18}H_{30}O_2$

Кромѣ того въ количествѣ 0,5—2% различныя неомыляемая вещества—фитостеринъ (въ растительныхъ маслахъ) и холестеринъ (въ животныхъ), далѣе лецитинъ въ жирахъ бобовыхъ, злаковъ и нѣкоторыхъ животныхъ жирахъ, сѣрнистыя соединенія въ маслѣ крестоцвѣтныхъ.

изводится опредѣленіе вязкости и растворимости въ тѣхъ или иныхъ растворителяхъ.

Взятіе пробы для анализа жидкихъ жировъ не представляетъ ничего труднаго, что же касается твердыхъ жировъ, то тутъ, благодаря тому, что они въ отдѣльныхъ мѣстахъ могутъ быть не одинаковы по составу, на отбирание правильной пробы необходимо обратить вниманіе и составлять образецъ для анализа, беря по небольшому количеству изъ отдѣльныхъ мѣстъ доставленной партіи жира. Отобранная такимъ образомъ проба все таки не будетъ вполне однородна, и поэтому ее въ лабораторіи вновь перемѣшиваютъ, для чего весь доставленный жиръ дѣлятъ на три приблизительно равныя порціи; двѣ изъ нихъ выѣтъ расплавляютъ при температурѣ не выше 60° при постоянномъ помѣшиваніи, и, когда все расплавится, прекративъ нагрѣваніе, прибавляютъ третью порцію. Эта прибавленная третья порція при помѣшиваніи легко расплавляется безъ всякаго дальнѣйшаго нагрѣванія. Затѣмъ, оставляютъ охлаждаться. Когда жиръ начнетъ густѣть, необходимо усиленно его перемѣшивать до полнаго застыванія для того, чтобы воспрепятствовать водѣ и другимъ примѣсямъ осѣсть на дно сосуда. Въ такомъ образѣ затѣмъ опредѣляютъ воду и нежиръ.

Для опредѣленія воды навѣску жидкаго жира (около 5—10 гр.) высушиваютъ въ колбочкѣ на водяной банѣ, пропускаемъ все время черезъ колбочку сухой водородъ. По разности въ вѣсѣ до высушиванія и послѣ него находятъ количество воды. Такъ же можно опредѣлять воду и въ твердыхъ жирахъ. Иногда же поступаютъ такъ. Въ плоской чашечкѣ отвѣшиваютъ свѣжепрокаленной и охлажденной въ эксиккаторѣ немзы 20 гр., помѣщаютъ на нее 10—12 гр. жира, чашечку ставятъ въ сушильный шкафъ при температурѣ 100° и держатъ ее тамъ 2 часа, послѣ чего охлаждаютъ въ эксиккаторѣ и взвѣшиваютъ. Потери въ вѣсѣ укажутъ на количество воды.

Въ сливочномъ маслѣ обыкновенно воды бываетъ не больше 15%, въ топленомъ русскомъ I сорта не больше 2%, — II сорта не больше 3—3,5%.

Опредѣленіе нежира. Это опредѣленіе производится почти исключительно при изслѣдованіи твердыхъ и полутвердыхъ жировъ, особенно же часто при анализѣ коровьяго масла. Въ составъ нежира коровьяго масла входитъ грязь, попадающая въ него нерѣдко при недовлѣтельной упаковкѣ или храненіи, казоинъ, поваренная соль (въ соленомъ маслѣ — голштинскомъ); въ фальсифицированномъ маслѣ встрѣчаются иногда, кромѣ вышеуказаннаго нежира, еще мука, крахмалъ, тертый картофель, мѣлъ, гипсъ, глина и т. п.

Для опредѣленія нежира 10—20 гр. вещества обрабатываютъ въ колбочкѣ петролейнымъ эфиромъ (съ темп. кипѣнія не выше 80°) и полученный растворъ профильтровываютъ черезъ предварительно высушенный и взвѣшенный фильтръ. Фильтръ и колбочку, въ которой производилось раствореніе, промываютъ петролейнымъ эфиромъ до тѣхъ поръ, пока капля фильтрата при испареніи на бумагѣ будетъ не оставлять жирнаго пятна. Затѣмъ, фильтръ съ содержимымъ высушиваютъ при 100° и взвѣшиваютъ. Привѣсъ фильтра даетъ количество нежира. Послѣ взвѣшивания фильтръ съ имѣющимся на немъ веществомъ сжигаютъ и вновь взвѣшиваютъ золу. Если золы найдено большое количество, то ее подвергаютъ анализу для выясненія того, какими минеральными веществами (глина, мѣль и т. п.) было фальсифицировано масло.

Если же зольныхъ составныхъ частей найдено мало, а нежира много, то изъ отдѣльной порціи масла вновь добываютъ нежиръ и, не сжигая его, подвергаютъ изслѣдованію главнымъ образомъ на крахмалъ, для чего къ нему прибавляютъ каплю раствора іода. Въ случаѣ присутствія крахмала появляется синее окрашиваніе.

Физическіе методы изслѣдованія жировъ.

При изслѣдованіи жидкихъ жировъ ихъ обыкновенно не подвергаютъ никакимъ предварительнымъ операціямъ, что же касается салъ и вообще твердыхъ жировъ, то они какъ содержащіе часто значительное количество нежира, должны быть передъ изслѣдованіемъ освобождены отъ всѣхъ постороннихъ примѣсей. Для этого вполне достаточно ихъ профильтровать. Изслѣдуемое вещество расплавляется въ стаканчикѣ въ горячей водѣ, или въ не сильно нагрѣтомъ сушильномъ шкафу (не выше 50°), причемъ вода, соли, казеннѣ и разнаго рода примѣси осѣдаютъ на дно, жиръ же всплываетъ наверхъ прозрачнымъ слоемъ. Ему даютъ хорошенько отстояться, освѣтлиться. Затѣмъ его осторожно сливаютъ и фильтруютъ въ другой стаканчикъ чрезъ сухой бумажный фильтръ, вложенный въ нагрѣваемую паромъ, или горячей водой воронку (рис. 32), или, если можно, фильтруютъ въ томъ же нагрѣтомъ шкафу. Маслу даютъ охладиться и затвердѣть. Съ полученнымъ такимъ образомъ веществомъ и производится всѣ дальнѣйшія опредѣленія.



Рис. 32.

Удѣльный вѣсъ для жидкихъ жировъ опредѣляется при помощи ареометровъ, никнометровъ, или вѣсовъ Мора-Вестфаля (см. нефть) при нормальной температурѣ 15° С. Если почему-нибудь произвести опредѣленіе при этой температурѣ нельзя, то опредѣленіе, сдѣланное при другой

температурѣ, исправляютъ, внося поправку $\pm 0,00064$ для каждаго градуса. Такъ какъ многіе жиры при 15° тверды, то приходится опредѣлять ихъ удѣльный вѣсъ при 100° , тогда, если опредѣленіе производится при помощи вѣсовъ Мора-Вестфала, сосудъ съ изслѣдуемымъ жиромъ помещаютъ въ пары кипящей воды, какъ это видно на рис. 33 или пользуются пикнометромъ Шпренгеля (Рис. 34). Опредѣленіе удѣльнаго вѣса при помощи пикнометра Шпренгеля производятъ такъ: расплавивъ жиръ на водяной банѣ, погружаютъ въ него конецъ пикнометра *b* и всасываютъ

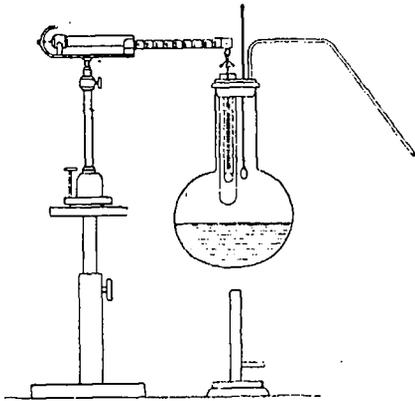


Рис. 33.

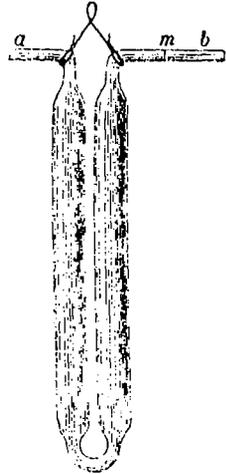


Рис. 34.

жиръ въ пикнометръ, вытѣривая изъ послѣдняго воздухъ ртомъ черезъ каучуковую трубочку, надѣтую на конецъ, а затѣмъ пикнометръ погружается, какъ можно глубже въ кипящую воду. При нагреваніи масло въ пикнометръ расширится и заполняетъ боковыя тоненькія трубочки. Пикнометръ долженъ быть наполненъ такъ, чтобы одна трубочка *a* вся была заполнена изслѣдуемой жидкостью, а въ другой менискъ долженъ касаться черты *m*. Если жидкости въ пикнометръ больше, чѣмъ нужно то, приложивъ кусочекъ фильтровальной бумаги къ наполненному жидкостью концу *a*, снимаютъ избытокъ вещества до тѣхъ поръ, пока менискъ не дойдетъ до мѣтки, если же вещества въ пикнометръ мало, то, прикоснувшись къ *a* каплей жидкости, висящей на стекляннй палочкѣ, заставляютъ ее втиснуться внутрь пикнометра въ силу капиллярности.

Удѣльный вѣсъ нѣкоторыхъ жировъ.

	d_{15}^{15}	d_{15}^{100}
коровье масло	0,926—0,940	0,865—0,870
маргаринъ	0,924—0,930	0,859—0,861
свиной жиръ	0,931—0,938	0,859—0,864

гусиный жиръ	0,923—0,930	—
кокосовое масло	0,924—0,927	—0,863—0,874
масло какао	0,964—0,976	0,857—0,858
оливковое масло	0,914—0,920	—
хлопчатниковое масло	0,922—0,930	—
сурьбинное масло	0,911—0,917	—
говяжье сало	—	0,860
пальмовое сало	0,945—0,947	—
костяной жиръ	0,914—0,916	—

Определение удельнаго вѣса воска производится по методу Гагера слѣдующимъ образомъ: воскъ расплавляютъ въ чашечкѣ на водяной банѣ и затѣмъ выливаютъ его каплями въ холодный крѣпкій винный спиртъ. Если сосудъ съ воскомъ держать надъ самой поверхностью спирта, то при этомъ получаютъ маленькіе шарики. Шарики вылавливаютъ изъ спирта и выбираютъ изъ нихъ только такіе, въ которыхъ не замѣтно присутствія пузырьковъ воздуха. Такъ какъ шарики иногда не удается получить, то въ такихъ случаяхъ поступаютъ такъ: расплавляютъ воскъ на часовомъ стеклѣ на водяной банѣ, даютъ ему застыть, и изъ застывшей массы вырѣзаютъ кусочки, которые вполне могутъ замѣнить вышеописанные шарики.

Затѣмъ шарики, или кусочки осторожно обтираютъ мягкой мокрой кисточкой для удаленія съ ихъ поверхности воздуха, погружаютъ ихъ въ крѣпкій винный спиртъ (при 15° С) и затѣмъ по каплямъ прибавляютъ къ спирту воды до тѣхъ поръ, пока спиртъ не сдѣлается такого же удельнаго вѣса, какъ и воскъ, что узнается по тому, что приблизительно треть шариковъ или кусочковъ будетъ лежать на днѣ, треть всплыветъ на поверхность и треть будетъ свободно плавать въ жидкости. При разбавленіи спирта водой нужно стараться, чтобы его температура все время оставалась равной 15°. Послѣ этого восковые шарики отфильтровываютъ и определяютъ удельный вѣсъ спирта.

Удельный вѣсъ чистаго пчелинаго воска d_{15}^{15}	0,958—0,970
„ „ воска карнауба	0,990—0,999
„ „ японскаго воска	0,975—0,978
„ „ китайскаго воска	0,915—0,918

Определение температуры плавленія и застыванія. Въ то время, какъ химически чистыя соединенія имѣютъ рѣзкую температуру плавленія, жиры и воскъ всегда плавятся не рѣзко, потому что они представляютъ изъ себя смѣси. Если нагревать медленно твердый жиръ или воскъ въ капиллярной трубчкѣ, то прежде всего вещество раз-

мягчается, затѣмъ края кусочка начинаютъ оплаиваться, все вещество дѣлается просвѣчивающимъ, и, наконецъ, наступаетъ полное плавленіе. Вслѣдствіе такого отношенія жировъ къ нагрѣванію, трудно рѣшить, какую температуру считать за температуру плавленія. Нужно къ этому прибавить, что нѣтъ соглашенія и относительно методовъ опредѣленія температуры плавленія. Поэтому при изслѣдованіи жировъ необходимо подробно указывать, какъ было произведено это опредѣленіе.

При опредѣленіи температуры плавленія жировъ, необходимо имѣть въ виду, что свѣже переплавленная проба не даетъ точныхъ цифръ, и слѣдуетъ опредѣленіе температуры плавленія жировъ производить самое меньшее черезъ 24 часа послѣ послѣдняго плавленія.

Опредѣленіе температуры плавленія большей частью производятъ по слѣдующимъ методамъ:

Методъ Поля состоитъ въ томъ, что въ расплавленную жиръ на нѣсколько секундъ погружаютъ шарикъ термометра, вслѣдствіе чего онъ покрывается тонкимъ слоемъ жира. Затѣмъ термометръ закрѣпляютъ на пробкѣ въ пустой пробиркѣ въ такомъ положеніи, чтобы онъ не касался ея стѣнокъ, а отъ дна шарикъ его находился бы на разстояніи 1,25 ст. По прошествіи 1—2 дней пробирку нагрѣваютъ на водяной банѣ и считаютъ за температуру плавленія ту, при которой подъ шарикомъ термометра собирается капля расплавленного жира.

Способъ Редвуда. Большой кусокъ жира помещается на поверхность ртути, медленно нагрѣваемой въ чашечкѣ на воздушной банѣ, въ качествѣ которой можно воспользоваться стаканою. Та температура, при которой жиръ растекается по поверхности ртути, и будетъ температурой плавленія.

При опредѣленіи температуры плавленія жира въ капиллярѣ отмѣчаютъ начало и конецъ плавленія.

Опредѣленіе температуры застыванія. При застываніи расплавленного жира выдѣляется теплота, поэтому обыкновенно наблюдается, что при охлажденіи расплавленныхъ жировъ температура сначала падаетъ, а затѣмъ паденіе останавливается на болѣе или менѣе продолжительное время, или даже температура повышается, послѣ чего замѣчается новое паденіе температуры. Та температура, которая держится безъ измѣненія въ теченіе нѣкотораго времени, и есть температура застыванія. Но не всѣ жиры ведутъ себя такъ: иногда совершенно не удается подмѣтить никакой остановки температуры, и въ такихъ случаяхъ опредѣленіе температуры застыванія дѣлается очень затруднительнымъ и неточнымъ. Нѣсколько болѣе точно можно опредѣлить температуру застыванія свободныхъ кислотъ, выдѣленныхъ изъ мыла, полученнаго при кипяченіи со щелочами масла и, поэтому чаще дѣлается опредѣленіе температуры застыванія свободныхъ кислотъ, чѣмъ масла.

Для опредѣленія температуры застыванія по Далликону (методъ этотъ принятъ во Франціи, Англіи и Америкѣ) наполняютъ пробирку, длиною 10—14 сантиметровъ, шириною 1,5—2 сант., до двухъ третей жиромъ и нагреваютъ ее на спиртовой лампѣ. Какъ скоро расплавится болѣе половины взятаго жира, нагреваніе прекращается, и жиръ перемѣшивается стеклянной палочкой, при чемъ почти вся масса совершенно расплавляется; если этого не произошло, пробирку приходится еще немного подогрѣть. Затѣмъ пробирку закрѣпляютъ въ горло стклянки, емкостью около 2 литровъ, а въ самую пробирку погружаютъ термометръ, раздѣленный на $\frac{1}{5}$ градуса такъ, чтобы шарикъ его находился по серединѣ расплавленнаго вещества. Какъ только жиръ на днѣ пробирки начнетъ застывать, его начинаютъ медленно размѣшивать термометромъ. Масса отъ выдѣленія кристалловъ становится непрозрачною. Во все время размѣшиванія слѣдить за температурой. Сначала она немного падаетъ, затѣмъ быстро подымается и, достигнувъ максимума, остается нѣкоторое время постоянной, а потомъ вновь начинаетъ падать. Эта максимальная температура и есть температура застыванія.

А. А. Жуковъ нѣсколько измѣнилъ способъ Далликона и слѣдуетъ опредѣленіе температуры застыванія болѣе простымъ и, повидному, болѣе точнымъ. Методъ его довольно часто примѣняется въ Россіи и заключается въ томъ, что расплавленный жиръ наливаютъ въ небольшую стклянку діаметромъ не меньше $2\frac{1}{2}$ —3 ст. Стклянка эта при помощи пробки помещается внутри другой широкогорлой банки такъ, чтобы она въ ней висѣла. Затѣмъ стклянку съ жиромъ затыкаютъ плотно пробкой, черезъ которую пропущенъ термометръ такъ, что шарикъ его находится посерединѣ жира. Когда аппаратъ собранъ, наблюдаютъ за температурой, и когда она слѣдается градусомъ на 5 выше той, которую ожидаютъ, какъ температуру застыванія, весь приборъ начинаютъ сильно, но правильно встряхивать вверхъ и внизъ до тѣхъ поръ, пока его содержимое не слѣдается замѣтно мутнымъ и непрозрачнымъ. Тогда вновь наблюдаютъ за температурой, которая въ зависимости отъ природы изслѣдуемаго вещества или остается болѣе или менѣе продолжительное время постоянной, или сначала повышается, потомъ, дойдя до максимума, остается постоянной. Эта максимальная температура и считается за температуру застыванія.

Температуры плавленія и застыванія и въ которыхъ
жировъ и кислотъ, выдѣленныхъ изъ нихъ.

	Жиры		Жирныя кислоты	
	Температ. плавленія	Температ. застыванія	Температ. плавленія	Температ. застыванія
коровье масло	28—35	20—23	38—45	33—38
маргаринъ	33—35	20—22	42	39,8
свиной жиръ	36—48	26—32	35—47	34—42
гусиный жиръ	25—34	18—22	35—41	31—34
кокосовое масло	20—28	14—23	24—27	16—21
масло какао	29—36	21—23	48—53	45—51
оливковое масло	—	—6—+10	19—29	17—21
хлопчатниковоe масло	—	—1—+4	34—40	28—36
сурьпное масло	—	—10—0	17—21	12—19
говяжье сало	46,5	42,8	—	—
костяной жиръ	42,1	32,6	—	—
пчелиный воскъ	61—70	60—63	—	—
воскъ корнауба	83—91	80—81	—	—

Опредѣленіе коэффициента преломленія.

Опредѣленіе коэффициента преломленія особенно полезно и часто применяется при изслѣдованіи коровьяго масла: иногда при помощи одного этого опредѣленія можно открыть фальсификацію. Впрочемъ, нужно имѣть въ виду, что когда получаются числа, мало отклоняющіяся отъ нормальныхъ, нельзя съ увѣренностью сказать, что масло чисто, ибо изъ маргарина и кокосоваго сала можно составить такія смѣси, которыя будутъ имѣть нормальный коэффициентъ преломленія.

Опредѣленіе коэффициента преломленія маселъ производится при помощи рефрактометра.

Существенную часть рефрактометра (рис. 35) составляют двѣ стеклянныя призмы *A* и *B*. У каждой изъ этихъ призмъ одна сторона не закрыта оправой. Оправа *B* можетъ вращаться вокругъ оси *C* такимъ образомъ, что незакрытыя стороны призмъ могутъ быть или приведены

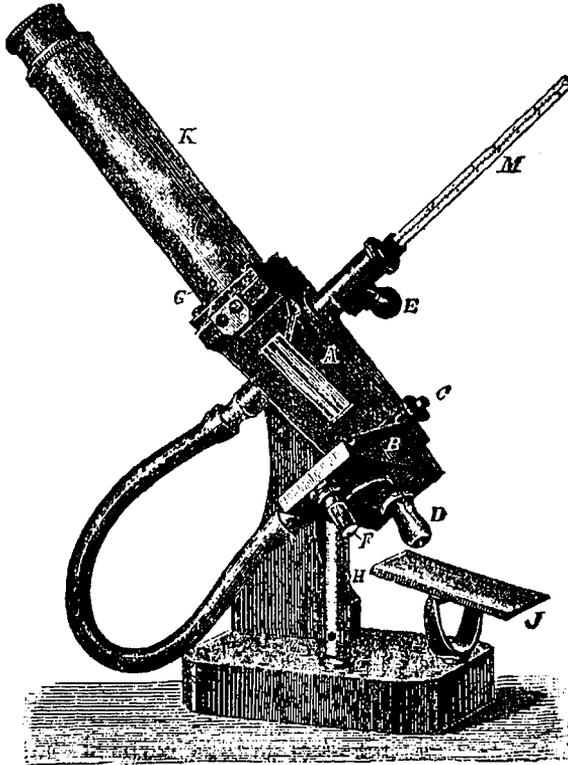


Рис 35.

въ соприкосновеніе другъ съ другомъ, или одна призма можетъ быть отодвинута отъ другой. Оправы, въ которыхъ находятся призмы, внутри пусты, такъ что въ нихъ можетъ циркулировать теплая вода, вслѣдствіе чего призмы могутъ быть подогревы. Термометръ *M* показываетъ температуру воды, циркулирующей въ оправѣ. *K* — зрительная труба, внутри которой находится шкала съ дѣленіями отъ 0 до 100, *I* зеркало, освѣщающее призмы и шкалу.

Вода, циркулирующая въ оправѣ призмъ, подогревается при помощи приспособленія, показаннаго на рис. 36 и 37. Это приспособленіе состоитъ изъ нагревательнаго котла *HK*, емкостью около 5 литровъ и регулятора давленія воды *WDR*; безъ котораго, впрочемъ, иногда можно обойтись. Котелъ, внутри котораго нагревается вода, идущая изъ водопроводнаго крана, снабженъ термометромъ *T* и газовой горѣлкой *GB* съ терморегу-

лятором *S*. Регуляторъ давленія воды, въ свою очередь, состоитъ изъ двухъ сосудовъ *A* и *B*, изъ которыхъ *A* соединенъ съ водопроводнымъ краномъ, какъ это видно на чертежѣ. Скорость тока воды можетъ быть по желанію измѣнена при помощи крана *H* сосуда *A*. Водопроводный кранъ долженъ быть открытъ на столько, чтобы изъ каучуковой трубки,

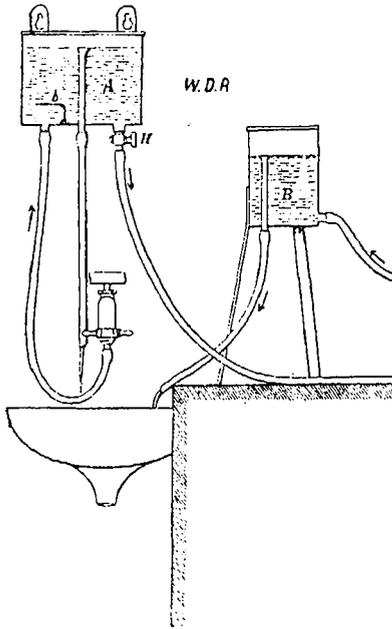


Рис. 36.

отходящей отъ середины дна сосуда *A*, текла тонкая струя воды. Всеми этими аппаратами пользуются слѣдующимъ образомъ. Соединивъ ихъ другъ съ другомъ такъ, какъ показано на чертежѣ (рефрактометръ помѣщается между

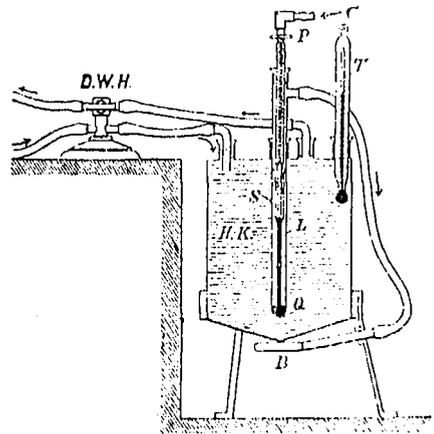


Рис. 37.

D.W.H. и сосудомъ *Ж.К.*), наполняютъ котель водою и зажигаютъ горѣлку, наблюдая за температурой воды въ котлѣ. Когда вода въ котлѣ дойдетъ до 40°, ее поддерживаютъ при этой температурѣ, регулируя пламя горѣлки и быстроту тока воды.

Самое опредѣленіе коэффициента преломленія производятъ такъ. Повернувъ штифтъ *F*, отираютъ оправу призмы, и затѣмъ отгибаютъ книзу оправу *B* до тѣхъ поръ, пока она не коснется подставки *H*. Затѣмъ наклоняютъ весь инструментъ такъ, чтобы поверхность призмы *B*, не закрытая оправой, была болѣе или менѣе горизонтальна. На эту горизонтальную плоскость помѣщаютъ при помощи стекляннѣй налочки три капли профильтрованного масла и распределяютъ его по всей поверхности, послѣ чего приводятъ призмы *A* и *B* въ соприкосновеніе и оправу замираютъ. Поставивъ инструментъ, поворачиваютъ зеркало *J* такъ, чтобы поле зрѣнія было освѣщено и ясно видна была бы граница между темной и свѣтлой его частью. Затѣмъ выдвигаютъ зрительную трубу до тѣхъ поръ, пока не будетъ ясно видна шкала съ дѣленіями.

Послѣ того, какъ аппаратъ снаряженъ такимъ образомъ, ждутъ около 3 минутъ, и затѣмъ, по шкалѣ, черезъ трубу, отсчитываютъ положеніе границы, раздѣляющей свѣтлую часть поля зрѣнія отъ темной; тотчасъ послѣ этого замѣчаютъ показанія термометра.

При употребленіи обыкновеннаго термометра, для того, чтобы привести показанія рефрактометра къ нормальной температурѣ 40° С по отсчитанной въ рефрактометрѣ величинѣ, прибавляютъ по 0,55 дѣлений на каждый градусъ для температуры, высшей 40°, и отнимаютъ по 0,55 на каждый градусъ для температуръ, низшихъ, чѣмъ нормальная.

Показаніе рефрактометра, отсчитанное для какого-либо масла при этой „нормальной“ температурѣ, называется рефракціоннымъ числомъ (Refraktionszahl) даннаго масла.

Передъ употребленіемъ новаго рефрактометра, да и при старомъ, время отъ времени, необходимо провѣрять, находится ли шкала на своемъ мѣстѣ. Для этого между призмами помѣщаютъ, какъ указано выше, „нормальную“ жидкость (доставляется фирмой Цейссъ), и, пустивъ въ оправу призмъ воду обыкновенной температуры, производятъ отсчетъ показаній рефрактометра и температуры воды. Если шкала находится на своемъ мѣстѣ, показанія рефрактометра будутъ для разныхъ температуръ слѣдующія:

При температурѣ	Дѣленія на шкалѣ	При температурѣ	Дѣленія на шкалѣ
25° С	71,2	16° С	76,7
24°—	71,8	15°—	77,3
23°—	72,4	14°—	77,9
22°—	73,0	13°—	78,6
21°—	73,6	12°—	79,2
20°—	74,3	11°—	79,8
19°—	74,9	10°—	80,4
18°—	75,5	9°—	81,0
17°—	76,1	8°—	81,6

Если шкала окажется не на мѣстѣ, то ее можно поставить въ надлежащее положеніе черезъ боковое маленькое отверстіе при помощи прилагаемаго къ аппарату часового ключа.

Изъ показаній шкалы можетъ быть вычисленъ коэффициентъ преломленія по таблицѣ.

Дѣленія на шкалѣ	Коэффициентъ преломленія	Разность
0	1,4220	
10	1,4300	0,0080
20	1,4377	0,0077
30	1,4452	0,0075
40	1,4524	0,0072
50	1,4593	0,0069
60	1,4659	0,0066
70	1,4723	0,0064
80	1,4783	0,0060
90	1,4840	0,0057
100	1,4895	0,0055

Промежуточные величины вычисляются путемъ интерполяціи.

По Вольни чистое коровье масло отклоняетъ свѣтъ при 25° на 49,5—54,0, маргарины 58,6—66,4.

Въ зависимости отъ температуры, при которой производится опредѣленіе коэффициента преломленія, высшія показанія рефрактометра для натурального коровьяго масла измѣняются такъ (Wollny):

Темп.	Рефр.	Темп.	Рефр.	Темп.	Рефр.	Темп.	Рефр.
45°	41,5	40°	42,2	35°	47,0	30°	49,8
44°	42,0	39°	44,8	34°	47,5	29°	50,3
43°	42,6	38°	45,3	33°	48,1	28°	50,5
42°	43,1	37°	45,9	32°	48,6	27°	51,4
41°	43,7	36°	46,4	31°	49,2	26°	51,9
40°	44,2	35°	47,0	30°	49,8	25°	52,5

Вольни полагасть, что на основаніи показаній рефрактометра можно съ увѣренностью утверждать, подмѣшано коровье масло, или нѣтъ: если при изслѣдованіи масла найдено по шкалѣ при 25° число большее 54, то масло, навѣрное, фальсифицировано, если больше 52,5, то подозрительно.

Повѣйшія изслѣдованія показали, что даже для чистаго масла показанія рефрактометра колеблются довольно сильно, особенно въ зависимости отъ корма коровъ. Байеръ нашель для зимняго масла 51,2, для лѣтняго 53,2 (при 25°).

Рефракціонныя числа нѣкоторыхъ жировъ.

свиной жиръ	48,6—51,2
гусиный жиръ. . . .	50,0—50,5
кокосовое масло . . .	33,5—35,5
масло какао	46,0—47,8
оливковое масло . . .	53,5—54,7
хлопчатниковое масло .	58,0
суръшное масло . . .	58,5—59,2

Въ общемъ можно сказать, что рефракція жира тѣмъ больше, чѣмъ больше въ немъ находится ненасыщенныхъ жирныхъ кислотъ, или, другими словами, рефракціонное число растетъ вмѣстѣ съ іоднымъ числомъ.

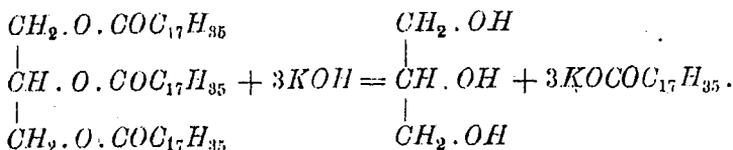
Главнѣйшіе химическіе методы, примѣняемые при техническомъ анализѣ жировъ и воска, имѣютъ въ виду опредѣленіе извѣстныхъ числовыхъ величинъ, зависящихъ отъ природы кислотъ, входящихъ въ составъ изслѣдуемыхъ веществъ. При помощи однихъ химическихъ методовъ опредѣляются, такъ называемыя, константы, т. е. величины, характерныя для природы даннаго масла или воска, при помощи другихъ методовъ опредѣляются числа, указывающія на качество изслѣдуемаго продукта, т. е. на степень его очистки, старость, прогорклость и т. п.

Чаще всего при изслѣдованіи маселъ опредѣляются слѣдующія константы: число омыленія, іодное число, число Рейхерга и число Гесера, рѣже дѣлаются опредѣленія ацетильнаго числа.

Опредѣленіе числа омыленія.

Числомъ омыленія (числомъ Кетгестѳера) называется число миллиграммовъ ѣдкаго кали, необходимое для омыленія одного грамма жира или воска.

Реакція омыленія жира выражается слѣдующимъ уравненіемъ, на примѣръ, для тристеарина:



Изъ этого уравненія видно, что чѣмъ меньше молекулярный вѣсъ эфира глицерина, тѣмъ больше на одно и тоже вѣсовое количество жира потратится ѣдкой щелочи. Такъ какъ молекулярный вѣсъ эфира глицерина зависитъ отъ молекулярнаго вѣса кислоты, которая съ нимъ соединена для образованія эфира, то, значить, чѣмъ больше пошло ѣдкой щелочи на омыленіе, тѣмъ (въ среднемъ) меньшій молекулярный вѣсъ имѣли жирныя кислоты. Поэтому число омыленія можетъ служить показателемъ того, какія кислоты (съ большимъ или малымъ молекулярнымъ вѣсомъ) входятъ въ составъ жира.

Число Кеттстёрфера опредѣляется слѣдующимъ образомъ. Въ колбу, емкостью 150—200 к. с. помѣщаютъ 1,5—2,0 гр. профильтрованного жира или воска, и приливаютъ туда же 25 к. с. полунормального спиртового раствора ѣдкаго кали. Соединивъ колбу съ обратнымъ холодильникомъ, нагреваютъ ее на водяной банѣ или на маленькомъ огнѣ такъ, чтобы спиртъ кипѣлъ не очень энергично. Черезъ полчаса обыкновенно омыленіе оканчивается и слой жира исчезаетъ; только при изслѣдованіи воска приходится вести нагреваніе по крайней мѣрѣ въ теченіе часа. Нужно вообще имѣть въ виду, что чѣмъ крупнѣе спиртъ, тѣмъ легче идетъ омыленіе: спиртъ слабѣе 96% не слѣдуетъ употреблять. Послѣ того, какъ закончено омыленіе, прибавляютъ 1 к. с. 1% спиртового раствора фенолфталеина, и обратно титруютъ избытокъ ѣдкой щелочи полунормальнымъ растворомъ соляной кислоты.

Положимъ, что 1,6775 гр. жира были обработаны 25 к. с. ѣдкаго кали, затѣмъ при обратномъ титрованіи потрачено 12,95 к. с. соляной кислоты. При установленіи соотношенія между растворами ѣдкаго кали и соляной кислоты найдено, что 25 к. с. ѣдкаго кали требуютъ для нейтрализаціи 24,6 к. с. соляной кислоты. Отсюда находимъ, что при омыленіи потрачено такое количество ѣдкаго кали, которое эквивалентно $24,6 - 12,95 = 11,65$ к. с. соляной кислоты. Положимъ, что растворъ соляной кислоты былъ точно полунормальный; тогда будемъ имѣть, что потрачено ѣдкаго кали

$$\frac{11,65 \times 0,0561}{2} = 326,78 \text{ мгр. } KOH,$$

откуда на 1 гр. жира пошло $326,78 : 1,6775 = 194,8$ мгр. *KOH*.

Эта величина и будетъ число омыленія.

Очень большое число природныхъ жировъ состоитъ, главнымъ образомъ, изъ триглицеридовъ пальмитиновой $C_{16}H_{31}.COOH$, стеариновой $C_{17}H_{35}.COOH$ и олеиновой $C_{17}H_{35}.COOH$ кислотъ; такъ какъ молекулярный вѣсъ этихъ кислотъ почти одинаковъ, то и числа омыленія для очесъ многихъ жировъ почти одинаковы (190—200). Поэтому, если при из-

сѣдованіи жира найдено число омыленія, сильно отклоняющееся (больше) отъ вышеуказаннаго, то приходится подозревать присутствіе какого нибудь такого жира, который отличается по своей химической природѣ отъ большинства жировъ. Такими жирами является коровье масло, пальмоядровое и кокосовое, въ составъ которыхъ входятъ глицериды масляной $C_3H_7 \cdot COOH$, капроновой $C_6H_{11} \cdot COOH$, каприловой $C_7H_{13} \cdot COOH$, каприновой $C_9H_{19} \cdot COOH$ и лауриновой $C_{11}H_{23} \cdot COOH$ кислотъ. Если же отклоненіе числа омыленія изслѣдуемаго масла въ другую сторону, т. е. найдено число омыленія меньше 190—200, то это указываетъ на присутствіе масла группы сурфинныхъ маселъ, которыя содержатъ въ себѣ эруковую кислоту $C_{21}H_{41} \cdot COOH$. Касторовое масло, благодаря присутствію въ немъ рициновой кислоты $C_{17}H_{32}(OH) \cdot COOH$, имѣетъ также малое число омыленія.

Воски, какъ указано было раньше, не содержатъ въ себѣ жировъ глицерина; въ нихъ входятъ эфиры почти тѣхъ же жирныхъ кислотъ, какъ и въ жирахъ, но только эти кислоты соединены въ видѣ эфировъ съ высокомолекулярными спиртами, напр., цетиловымъ $C_{16}H_{33}OH$, октодециловымъ $C_{18}H_{37} \cdot OH$, мирициловымъ $C_{30}H_{61}OH$, и поэтому число омыленія воска очень мало. Благодаря числу омыленія легко узнать примѣсъ жировъ къ воску.

Опредѣленіе іоднаго числа.

Въ составъ жировъ, кромѣ предѣльныхъ кислотъ ряда $C_nH_{2n}O_2$, входятъ также непредѣльные ряда олеиновой кислоты C_nCH_{2n-2} , льняной $C_nH_{2n-4}O_2$ и линоленовой $C_nH_{2n-6}O_2$. Эти непредѣльные кислоты по мѣсту кратной связи могутъ присоединять іодъ, при чемъ на каждую двойную связь присоединяются два атома іода. Поэтому

олеиновая кислота присоединяетъ	89,96%	іода
льняная „ „	181,22%	„
линоленовая „ „	273,80%	„
эруковая „ „	75,05%	„

Такъ какъ составъ различныхъ жировъ различенъ, какъ въ смыслѣ большаго или меньшаго содержанія данной кислоты, такъ и въ смыслѣ различія природы входящихъ въ него кислотъ, то и количество іода, которое можетъ быть присоединено тѣмъ или другимъ жиромъ будетъ различно. Количество процентовъ іода, которое можетъ присоединить жиръ, носить названіе іоднаго числа. Іодное число представляетъ изъ себя одну изъ наиболѣе цѣнныхъ константъ для сужденія о природѣ жира.

Для опредѣленія іоднаго числа нужны слѣдующіе растворы:

1) Растворъ іода. 25 гр. чистаго іода растворяють въ 500 куб. с. чистаго крѣпкаго 95% спирта. Затѣмъ, готовится второй растворъ, именно, 50 грм. сулемы (или эквивалентное ей количество двубромистой ртути) растворяють въ 500 к. с. 95% спирта, не содержащаго сивушнаго масла. Растворъ сулемы, если нужно, фильтруютъ, и затѣмъ оба раствора смѣшиваютъ; получается растворъ Гюбля. Вначалѣ титръ этого раствора быстро мѣняется, и растворъ дѣлается годнымъ для работы не ранѣе, какъ черезъ 12 часовъ. Однако, и по прошествіи этого времени приходится передъ каждымъ опредѣленіемъ провѣрять его титръ.

2) Растворъ сѣрноватистоокислаго натрія ($Na_2S_2O_3$). Этотъ растворъ содержитъ 24 гр. сѣрноватистоокислаго натрія въ литрѣ. Титръ раствора устанавливается по взвѣсному іоду, или по раствору двуххромокислаго калия. Въ первомъ случаѣ, отвѣшиваютъ въ пробиркѣ съ притертой пробкой около 0,2 гр. очищеннаго возгонкой іода, затѣмъ, открывъ пробирку, бросаютъ ее въ стаканъ, въ которомъ находится около 10 к. с. десятипроцентнаго раствора іодистаго калия. Какъ только іодъ растворится, тотчасъ приливаютъ къ раствору іода изъ бюретки растворъ сѣрноватистонатровой соли до тѣхъ поръ, пока растворъ не сдѣлается свѣтло-желтаго цвѣта; тогда прибавляютъ немного крахмального клейстера, и окончательно дотитровываютъ до полного исчезновенія снѣжно окрашиванія, появившагося отъ прибавленія крахмала. Нужно это титрованіе повторить раза три, и взять среднее число. Этимъ растворомъ, титръ котораго такимъ образомъ будетъ опредѣленъ, титруютъ растворъ Гюбля, т. е. устанавливаютъ его титръ по титру раствора сѣрноватистонатровой соли.

Другой, очень удобный пріемъ для установки титра сѣрноватистоокислаго натрія данъ Фольгардтомъ. 3,874 грамма чистаго двуххромокислаго калия растворяють въ 1 литрѣ воды, и для опредѣленія берутъ 20 к. с. этого раствора, прибавляютъ 10 к. с. десятипроцентнаго раствора іодистаго калия и 5 к. с. соляной кислоты. Тотчасъ выдѣляется іодъ, который растворяется въ избыткѣ іодистаго калия; его послѣ прибавленія крахмала титруютъ сѣрноватистонатровой солью до появленія свѣтло-зеленаго цвѣта. Каждый кубическій сантиметръ этого раствора хромника выдѣляетъ точно 0,01 гр. іода. Разъ приготовленный растворъ можетъ долго служить для провѣрки титра сѣрноватистоокислаго натрія.

3) Хлороформъ. Хлороформъ необходимъ для растворенія изслѣдуемаго жира, такъ какъ большинство жировъ трудно растворимо въ спирту.

4) Растворъ іодистаго калия. 10 гр. іодистаго калия, не содержащаго іодиноватокислой соли, растворяють въ 100 к. с. воды.

5) Крахмальный клейстеръ. 1 гр. крахмала растирають со 100 к. с. воды, которую приливаютъ къ крахмалу малыми порціями. Полученная

такимъ образомъ молочкообразная жидкость при помѣшиваніи нагрѣвается до кипѣнія, причемъ она становится прозрачною. По охлажденіи къ раствору прибавляютъ, какъ антисептическое средство, нѣсколько капель спиртоваго раствора салициловой кислоты.

Самое опредѣленіе ведется слѣдующимъ образомъ: въ маленькой пробирочкѣ отвѣшиваютъ 0,2—0,3 гр. высыхающихъ маселъ, или 0,3—0,4 гр. невысыхающихъ, или 0,8—1,0 твердыхъ жировъ. Пробирка съ жиромъ помѣщается въ стеклянку съ притертой пробкой емкостью около 300 к. с. Приливъ въ эту стеклянку 10 к. с. хлороформа, побалтываютъ ее содержимое до тѣхъ поръ, пока жиръ виолетъ не растворится. Если, несмотря на долгое побалтываніе, полного растворенія не происходитъ, приходится еще прибавить хлороформа. Затѣмъ сюда прибавляютъ 20 к. с. раствора Гюбля и снова перемалываютъ; при этомъ растворъ долженъ остаться окрашеннымъ въ густой бурый цвѣтъ. Если въ сравнительно короткое время происходитъ полное обезцвѣчиваніе раствора, то это указываетъ на то, что прилитого количества іода не достаточно, и поэтому прибавляютъ еще 10 к. с. раствора Гюбля. Считается необходимымъ брать іода вдвое большее количество противъ того, какое можетъ быть поглощено навѣской масла.

По прошествіи 1,5—2-хъ часовъ реакція присоединенія іода масломъ большей частью оканчивается, и тогда приступаютъ къ опредѣленію количества избыточно прибавленнаго іоднаго раствора. Для этого къ жидкости прибавляютъ 10—15 к. с. раствора іодистаго калия (4), тщательно забалтываютъ, прибавляютъ 100 к. с. воды, и титруютъ растворомъ сѣрноватистокислаго натрія (2) сперва до слабо-желтаго цвѣта, затѣмъ прибавляютъ немного крахмала (5), и продолжаютъ титрованіе до полного исчезновенія синяго окрашенія.

Разность между количествомъ іода, найденнымъ при вторичномъ титрованіи, и тѣмъ, которое содержалось въ прибавленномъ растворѣ Гюбля, даетъ количество іода, поглощеннаго масломъ. Перечисливъ эту величину въ проценты по отношенію къ взятой навѣскѣ масла, находимъ іодное число.

Положимъ, напр., что къ навѣскѣ масла 0,3394 гр. прибавлено 25 к. с. раствора Гюбля; на 25 к. с. этого раствора Гюбля идетъ 60,9 к. с. раствора сѣрноватистонатровой соли; 16,45 к. с. раствора сѣрноватистокислаго натрія эквивалентны 0,2 гр. іода; при обратномъ титрованіи истрачено 39,6 к. с. сѣрноватистонатровой соли. Изъ этихъ данныхъ опыта іодное число вычисляется такъ:

Іода масломъ поглощено такое количество, которое эквивалентно $60,9 - 39,6 = 21,3$ к. с. сѣрноватистокислаго натра. Такъ какъ 16,45 к. с.

этого раствора отвѣчаютъ 0.2 гр. іода, то іода поглощено

$$\frac{0,2 \times 21,3}{16,45} = 0,2589 \text{ гр.}$$

Отсюда на 100 гр. жира іода поглотилось $\frac{0,2589 \times 100}{0,3394} = 76,28$ гр.; значить, іодное число 76,28.

Наибольше высокое іодное число имѣютъ высыхающія масла, за ними идутъ полувсыхающія и, наконецъ не высыхающія. Воски имѣютъ самое малое іодное число.

Опредѣленіе числа Рейхерта-Мейсля.

Число Рейхерта-Мейсля показываетъ число кубическихъ сантиметровъ децинормального раствора ѣдкого кали, которое потребовалось для нейтрализаціи летучихъ кислотъ, выдѣленныхъ изъ 5 гр. жира.

Въ виду того, что число Рейхера-Мейсля имѣетъ очень большое значеніе для сужденія о качествѣ коровьяго масла, мы опишемъ опредѣленіе это примѣнительно, главнымъ образомъ, къ коровьему маслу.

Стаканчикъ съ масломъ и коротенькой палочкой взвѣшиваютъ, палочкой понемногу вынимаютъ масло изъ стаканчика, перекладываютъ въ небольшую круглодонную фарфоровую чашку, и опять взвѣшиваютъ. Послѣ нѣсколькихъ перекладываній удается отложить, болѣе или менѣе точно (до миллиграммовъ), 5 граммовъ масла. Въ чашечку прибавляютъ 50 куб. с. 80% спирта, кусочекъ ѣдкого кали въ 2 гр., и, помѣтивши чашечку на горячую воду, нагреваютъ такъ, чтобы спиртъ не закипѣлъ, до тѣхъ поръ, пока ѣдкое кали и жиръ вполне растворятся, и не останется капельки и блестящаго жира. При этомъ происходитъ обмыливаніе: жирныя кислоты образуютъ соли со щелочью, глицеринъ же выдѣляется. Конецъ обмыливанія узнается по тому, что капля воды въ этой смѣси не производитъ помутненія. Послѣ этого нѣсколько успиваютъ нагреваніе, и даютъ спирту улетучиться сполна (узнать по запаху).

Полужидкое, густое мыло растворяютъ при нагреваніи въ 50 куб. с. воды, переливаютъ въ колбочку въ 300 куб. с., чашку обмываютъ туда же еще 50-ю куб. с. воды, въ колбу прибавляютъ 40 куб. с. слабой сѣрной кислоты (1:10), и, соединивши колбочку съ холодильникомъ, подвергаютъ летучія кислоты отгонкѣ. Такъ какъ выдѣлившіяся отъ сѣрной кислоты и расплавившіяся жирныя кислоты плаваютъ на поверхности сплошнымъ слоемъ, то обыкновенно происходитъ перегрѣваніе: жидкость кипитъ толчками, легко перебрасывается въ холодильникъ и пріемникъ. Для предохраненія отъ перегрѣванія совѣтуютъ бросать въ колбу маленькій кусочекъ пемзы. Но часто это средство не спасаетъ. Поэтому лучше

колбочку заткнуть пробкой съ двумя отверстіями; чрезъ одно пропущена загнутая подъ острымъ угломъ и оканчивающаяся тотчасъ подъ пробкой стеклянная паростводная трубка (въ холодильникъ), а чрезъ другое отверстие—доходящая до самаго дна колбы трубочка, по которой постоянно въ колбу вгоняется (изъ аспиратора и т. п.) мелкими пузырями воздухъ. Отгоняютъ 110 куб. с. въ колбочку съ длинной шейкой и съ двумя мѣтками: 100 и 110 куб. с.; отгонка продолжается $\frac{1}{2}$ часа. При этомъ съ водянымъ паромъ перегоняется не только высшія кислоты, но даже часть нерастворимыхъ въ водѣ кислотъ, которыя плаваютъ на поверхности въ видѣ бѣлыхъ пластинокъ. Чтобы освободиться отъ нихъ, перегонъ (110 куб. с.) изъ колбочки переливаютъ въ стаканчикъ, и отфильтровываютъ въ ту же колбочку черезъ сухой фильтръ ровно 100 куб. с. Переливши опять въ стаканчикъ и прибавивши 3—4 капли фенолфталеина, титруютъ $\frac{1}{10}$ норм. щелочью (KOH или BaH_2O_2) до розоваго окрашиванія. Число куб. с. потраченной на титрованіе щелочи увеличиваютъ на $\frac{1}{10}$ (изъ 110 куб. с. отфильтровано 100).

Для полученія согласныхъ результатовъ нужно точно соблюдать все данныя выше указанія относительно количества масла, прибавляемой воды, кислоты и пр., и все же результаты получаются не всегда согласные, особенно въ томъ случаѣ, если не былъ удаленъ весь спиртъ, который съ жирными кислотами можетъ образовать летучіе эфиры.

Болѣе надежные результаты получаются, если обмыливаніе производить въ глицериновомъ растворѣ (Leffmann Beam). По этому способу къ 5 гр. масла (точно) въ колбочкѣ, вместимостью 300 куб. с., прибавляютъ 20 гр. глицерина и 2 куб. с. насыщеннаго раствора ѣдкаго натра (100 гр. $NaOH$ растворяютъ въ 100 куб. с. воды, и, послѣ отставанія, сливаютъ прозрачную жидкость). Смѣсь нагреваютъ на маленькомъ пламени при постоянномъ помалтываніи до кипѣнія, которое сопровождается сильнымъ вскипываніемъ. Какъ скоро испарится вся вода (минуть чрезъ 5—8), и жидкость станетъ вполне прозрачной, обмыливаніе совершилось. Нагреваютъ еще нѣсколько времени, поворачивая колбочку такъ, чтобы собрать вмѣстѣ все частички мыла по стѣнкамъ колбочки. Затѣмъ смѣсь даютъ охладиться до 80—90°, прибавляютъ 90 граммовъ воды, нагрѣтой до 80—90°, причемъ обыкновенно сейчасъ же получается прозрачный растворъ мыла; иногда же приходится нагревать на водяной банѣ до полного растворенія. Послѣ этого прибавляютъ 50 куб. с. слабой сѣрной кислоты (2½ куб. с. крѣпкой въ 1 L.) и кусочекъ пемзы, затыкаютъ пробкой со вставленной въ нее газоотводной трубкой, изогнутой наподобіе лебединой шеи; концы трубки сточены сильно наискось (высота ея 20 сант., ширина просвѣта—6 мм.) и подвергаютъ отгонкѣ въ теченіе $\frac{1}{2}$ часа. Остальное—какъ описано выше.

Число Рейхерта-Мейсля для нѣкоторыхъ жировъ.

коровье масло	20—33
свиное сало	0
гусиный жиръ	0,2—0,3
кокосовое масло	6,6—8,5
масло какао	0,2—0,8
оливковое масло	0,6
сурьпное масло	0.

Такъ какъ большинство жировъ содержатъ въ себѣ почти исключительно высшія жирныя кислоты, которыя въ тѣхъ условіяхъ, при которыхъ производится опредѣленіе числа Рейхерта-Мейсля, не летучи, то естественно, что для большинства жировъ это число близко къ нулю. Исключеніе представляетъ коровье масло. Это и является причиной того, что при изслѣдованіи коровьяго масла всегда опредѣляютъ это число, и въ случаѣ его малой величины принято считать масло фальсифицированнымъ или, по крайней мѣрѣ, подозрительнымъ. Къ сожалѣнію, эта константа весьма сильно колеблется, и иногда встрѣчается заведомо не фальсифицированное масло, имѣющее число Рейхерта-Мейсля 15 и даже еще меньше; даже для масла, получаемого изъ молока одной и той же коровы, оно бываетъ различно въ зависимости отъ корма. Кроме того нужно имѣть въ виду, что число Рейхерта-Мейсля увеличивается при сохраненіи масла на свѣту и при доступѣ воздуха, а также при прогорканіи.

Опредѣленіе числа Генера.

Число Генера показываетъ процентное содержаніе нерастворимыхъ въ водѣ жирныхъ кислотъ, находящихся въ жирѣ. Самое опредѣленіе производится такъ: 2—3 гр. масла отвѣшиваютъ и обмываютъ 2-мя гр. вѣскаго кали въ присутствіи 50 к. с. спирта совершенно такъ же, какъ описано при опредѣленіи числа Рейхерта-Мейсля. Пустое мыло, по удаленіи спирта, растворяютъ въ 100—150 к. с. воды, переливаютъ въ стаканчикъ, разлагаютъ его слабой соляной или сѣрной кислотой, нагреваютъ стаканчикъ, чтобы выдѣлившіяся кислоты расплавились и собрались на поверхности прозрачнымъ слоемъ. Тогда ихъ переливаютъ на высушенный заранее при 100°, взвѣшенный и наполненный до половины горячей водой фильтръ, помѣщенный въ нагреваемой воронкѣ (рис. 32). Фильтръ, діаметромъ 12—13 смт., долженъ быть приготовленъ изъ плотной шведской бумаги, чтобы жидкость проходила черезъ него свѣтлая. Кислоты, плавающія на фильтрѣ, промываютъ кипящей водой изъ промывалки, направляя

струи воды такъ, чтобы кислоты сильно перебивались съ водой, и чтобы вода изъ воронки никогда не стекала вполнѣ, а подъ слоемъ кислотъ всегда съ оставалось приблизительно 1—2 сант. въ высоту. Промываніе ведутъ до полного исчезновенія кислотности. Чтобы отмыть вполнѣ трудно растворимыя капроновую ($C_6H_{12}O_2$), каприловую ($C_8H_{16}O_2$) и каприновую ($C_{10}H_{20}O_2$) кислоты, требуется не менѣе 2-хъ литровъ воды.

Когда промываніе окончено, воронку съ не вполнѣ стекшей водою опускаютъ въ стаканъ съ холодной водою, даютъ жирнымъ кислотамъ охладиться и застыть, вынимаютъ воронку изъ воды, даютъ водѣ вполнѣ стечь, вынимаютъ фильтръ съ кислотами изъ воронки, помещаютъ его въ стаканчикъ, и сушатъ до постоянного вѣса при 100° .

Для большинства жировъ число Генера лежитъ около 95; только тѣ жиры, для которыхъ число Рейхерта-Мейсля велико, имѣютъ число Генера меньше 95; такъ, напр., для коровьяго масла оно не болѣе 89.

Въ виду того, что, какъ только что сказано, существуетъ зависимость между числомъ Генера и Рейхерта-Мейсля, въ настоящее время при изслѣдованіи жировъ первое опредѣляется очень рѣдко, а для воска его никогда не опредѣляютъ.

Опредѣленіе кислотнаго числа.

Кислотнымъ числомъ называется число миллиграммовъ ѣдкаго кали, необходимое для нейтрализаціи свободныхъ жирныхъ кислотъ изъ 1 гр. жира, или воска.

Для опредѣленія кислотнаго числа 5 гр. масла (не меньше) растворяютъ въ совершенно нейтральномъ (предварительно нейтрализованномъ) спиртѣ, или смѣси спирта съ эфиромъ, и титруютъ спиртовымъ, или воднымъ растворомъ ѣдкой щелочи, употребляя въ качествѣ индикатора фенолфталеинъ. Иногда число кислотности выражаютъ въ процентахъ.

Въ виду того, что количество кислотъ для одного и того же сорта масла не является постояннымъ, кислотное число не считается константой. Свѣжіе животные жиры практически нейтральны, растительные же всегда содержатъ нѣкоторое количество свободныхъ кислотъ, количество которыхъ при сохраненіи масла обыкновенно увеличивается. Особенно это замѣтно для пальмоваго масла, которое иногда при сохраненіи цѣликомъ переходитъ въ свободныя кислоты. Хотя кислотное число и не является константой, тѣмъ не менѣе его постоянно опредѣляютъ, потому что оно даетъ возможность судить о достоинствѣ жира. Отъ хорошаго жира требуется, чтобы кислотное число было мало.

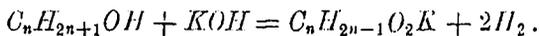
Эфирное число.

Эфирное число показываетъ, сколько миллиграммовъ ѣдкаго кали потребовалось бы для омыленія 1 гр. жира въ томъ случаѣ, если бы онъ былъ вполне нейтраленъ. Такимъ образомъ эфирное число представляетъ изъ себя разность между числомъ омыленія и кислотнымъ числомъ.

Опредѣленіе спиртовъ.

Опредѣленіе спиртовъ обыкновенно производится только при изслѣдованіи воска, который, какъ указано выше, представляетъ изъ себя смѣсь сложныхъ эфировъ, образованныхъ жирными кислотами и высшими одноатомными спиртами. Изслѣдованіе воска, особенно рѣшеніе вопроса о томъ, не фальсифицированъ ли онъ,—задача въ высшей степени трудная, и всякій новый методъ, которымъ можно воспользоваться при изслѣдованіи воска, является очень цѣннымъ; къ такимъ методамъ принадлежатъ и методъ опредѣленія спиртовъ.

Методъ опредѣленія спиртовъ основанъ на томъ, что при сплавленіи съ ѣдкимъ кали одноатомнаго спирта онъ окисляется въ кислоту, причѣмъ выдѣляется водородъ.



Эту реакцію Вюэнзи примѣняютъ къ воску въ такомъ видѣ. 1—2 гр. воска расплавляютъ въ небольшомъ фарфоровомъ тиглѣ, къ расплавленному воску прибавляютъ такое же количество мелко истолченнаго ѣдкаго кали. Перемишавъ тщательно воскъ съ ѣдкимъ кали, даютъ смѣси охладиться, и полученную твердую массу вновь измельчаютъ въ порошокъ, и тщательно смѣшиваютъ съ 3 частями (на 1 ч. воска) смѣси ѣдкаго кали и извести (1 часть KOH на 2 части CaO). Смѣсь эту помещаютъ въ толстостѣнную пробирку, или маленькую грушевидную колбочку, и нагреваютъ въ воздушной банѣ постепенно до 250° . За температурой слѣдятъ по термометру, висящему рядомъ съ пробиркой въ банѣ. Взаимодѣйствіе щелочи со спиртами начинается при 180° , но энергичнѣе оно идетъ около 250° . Когда баня нагрѣлась до 250° , поддерживаютъ эту температуру около двухъ часовъ. Выдѣляющійся при реакціи водородъ очень удобно собирать при помощи бюретки Гемиселы, присоединенной капиллярной трубкой и каучуками къ пробиркѣ съ веществомъ. Когда количество собраннаго въ бюреткѣ газа больше не увеличивается, прекращаютъ нагреваніе, даютъ пробиркѣ охладиться, и только потомъ, не отнимая бюретки отъ всего прибора, приводятъ газъ къ атмосферному давленію, замѣчаютъ количество кубическихъ сантиметровъ газа, его температуру и атмосфер-

ное давленіе. Приведа отсчитанный объемъ газа къ 0° и нормальному (760 мм.) давленію по формулѣ $\frac{V(b-f)}{760 \times (1 + 0,00367 t)}$, гдѣ V — отсчитанный объемъ, b — наблюденное давленіе, f — упругость водяного пара при температурѣ t , при которой измѣренъ водородъ, и перечисливъ количество кубическихъ сантиметровъ выдѣлившагося водорода на 1 гр. воска, находятъ водородное число. Водородное число для чистаго воска 55.

Зная водородное число, можно вычислить, сколько мирициловаго спирта содержится въ 1 гр. воска, принимая всѣ спирты за мирициловый. Изъ вышеприведеннаго уравненія реакціи слѣдуетъ, что 1 к. е. водорода при 0° и 760 м.м. давленія, вѣсящій 0,00008988 гр., соответствуетъ 0,00984 гр. мирициловаго спирта. Поэтому, если помножить число куб. сан. водорода, выдѣленнаго изъ одного грамма воска, на 0,984, получимъ процентное содержаніе мирициловаго спирта въ воскѣ.

Опредѣленіе ацетильнаго числа.

Ацетильнымъ числомъ называется количество миллиграммовъ ѣдкаго кали, которое потребовалось для нейтрализаціи уксусной кислоты, образовавшейся при омыленіи одного грамма ацетилированнаго масла, или воска. Способность нѣкоторыхъ маселъ ацетилироваться зависитъ отъ того, что въ составъ ихъ входятъ оксикислоты, которыя при дѣйствіи на нихъ уксуснаго ангидрида даютъ ацетильные производныя.

Опредѣленіе ацетильнаго числа производится слѣдующимъ образомъ: 10 гр. масла нагревають въ колбѣ съ обратнымъ холодильникомъ 1—2 часа съ 20 гр. уксуснаго ангидрида. Продуктъ реакціи выливается въ стаканъ, емкостью около одного литра, смѣшивается съ 500—600 к. е. кипящей воды, и нагревается въ теченіе получаса; при этомъ для избѣжанія перегрѣванія черезъ жидкость пропускаютъ медленный токъ угольнаго ангидрида. Затѣмъ, содержимое стакана оставляютъ въ покоѣ, причѣмъ жидкость раздѣляется на два слоя—внизу собирается вода, а сверху ацетилированное масло. Тогда сифономъ сливаютъ водный слой, а слой масла нагревають съ водой 3 раза такъ, какъ только что было описано. Вода, слитая въ послѣдній разъ, не должна имѣть кислой реакціи. Если кипятить съ водой ацетилированное масло слишкомъ долго, то оно можетъ замѣтно разложиться. Промытое водой ацетилированное масло высушиваютъ въ сушильномъ шкафу. Затѣмъ берутъ двѣ навѣски приготовленнаго такимъ образомъ ацетилированнаго масла: въ одной (3—5 гр.) опредѣляютъ кислотность (см. число кислотности), а въ другой (2—3 грам.)—коэффициентъ обмыливанія нагреваніемъ съ титрованнымъ растворомъ ѣдкой щелочи. Разность между коэффициентомъ обмыливанія и коэффициентомъ кислотности и составляетъ ацетильное число.

Качественныя пробы.

Определение способности высыхания. Масла могут быть разделены на двѣ большія группы—масла невысыхающія и масла высыхающія. Первые при храненіи на воздухѣ поглощаютъ кислородъ, прогоркаютъ, но остаются жидкими, вторыя, поглощая кислородъ, засыхаютъ въ твердую пленку. Способность маселъ такъ различно относиться къ кислороду воздуха зависить отъ ихъ состава: масла высыхаютъ тѣмъ скорѣе, чѣмъ меньше они содержатъ насыщенныхъ кислотъ и олеиновой кислоты, и чѣмъ больше въ нихъ находится линолеиновой.

Определение степени высыхаемости масла легко определяется пробой Ливаша. Для нея готовятъ порошокъ свинца такимъ образомъ. Изъ какой-либо растворимой въ водѣ свинцовой соли выдѣляютъ свинецъ при помощи цинка. Выдѣлившійся свинецъ быстро промываютъ послѣдовательно водой, спиртомъ и эфиромъ, и, наконецъ, высушиваютъ въ вакуумѣ. Для определения степени высыхаемости масла 1 гр. свинцоваго порошка распределяютъ тонкимъ слоемъ на часовомъ стеклѣ, точно взвѣшиваютъ, и затѣмъ изъ пипетки на этотъ свинецъ помѣщаютъ каплями 6—7 гр. (не больше) изслѣдуемаго масла, стараясь, чтобы капли не соприкасались другъ съ другомъ, и вновь точно взвѣшиваютъ. Затѣмъ оставляютъ часовое стекло съ масломъ на свѣту, въ мѣстѣ, защищенномъ отъ пыли, при свободномъ доступѣ воздуха, на болѣе или менѣе продолжительный срокъ, время отъ времени взвѣшивая. По Ливашу, увеличеніе вѣса высыхающихъ маселъ начинается черезъ 18 часовъ и оканчивается самое позднее черезъ 3 дня, для невысыхающихъ увеличеніе въ вѣсѣ замѣчается только черезъ 4—5 дней.

Проба на прогорклость. Многія масла при храненіи, особенно если были допущены нѣкоторыя неправильности въ ихъ приготовленіи или очисткѣ, обладаютъ способностью прогоркать, что выражается въ томъ, что они приобретаютъ ѣдко-горькій запахъ и вкусъ. Причина прогорканія жировъ, не смотря на множество изслѣдованій въ этой области не выяснена. Повидимому, оно вызывается кислородомъ воздуха; солнечный свѣтъ, влажность и присутствіе микроорганизмовъ ему благоприятствуютъ. Прогорканіе масла очень часто сопровождается выдѣленіемъ свободныхъ кислотъ, однако прогорклость масла не пропорціональна его кислотности. Затѣмъ, почти всегда при прогорканіи замѣчается образованіе альдегидовъ, кетоновъ и др. прод. Особенно важно произвести испытаніе жира на прогорклость въ томъ случаѣ, когда онъ идетъ въ пищу. Какихъ-либо несомнѣнныхъ, постоянно удающихся, реакцій, дающихъ возможность открыть прогорклость, нѣтъ, кромѣ испытанія на вкусъ и запахъ. Иногда, впрочемъ, производится реакція Шмидта, которая указываетъ на присут-

ствіе альдегидовъ. Выполняется она такъ. Около 20 гр. жира подвергаютъ перегонкѣ съ водянымъ паромъ (аппаратъ см. при опредѣленіи летучихъ кислотъ въ винѣ) изъ круглодонной колбы. Въ качествѣ пріемника употребляютъ или мѣрную (100 к. с.) колбу съ пришлифованной пробкой, или мѣрный цилиндръ. Передъ началомъ перегонки въ пріемникъ помещаютъ 5 к. с. свѣжеприготовленнаго однопроцентнаго раствора солянокислаго метафенилендіамина. По окончаніи перегонки содержимое пріемника взбалтывается, при чемъ обращаютъ вниманіе на его окраску. При отсутствіи альдегидовъ дестиллатъ или совершенно не окрашенъ или окрашенъ очень слабо въ желтоватый цвѣтъ. Въ случаѣ сильнаго желтаго окрашиванія можно утверждать, что масло прогоркло.

Реакціи окрашиванія для нѣкоторыхъ маселъ являются на столько чувствительными и характерными, что такимъ образомъ удается открыть ихъ присутствіе даже въ сложныхъ смѣсяхъ.

Реакція Водуэна. Къ 0,1 к. с. спиртоваго раствора фурфурола (1 объемъ безцвѣтнаго фурфурола растворяется въ 100 об. безводнаго спирта) прибавляется 10 к. с. излѣдуемаго масла и 10 к. с. соляной кислоты, уд. в. 1,19; сильно взболтавъ смѣсь, даютъ ей отстояться. Въ томъ случаѣ, когда въ излѣдуемомъ маслѣ находится даже меньше 1% кунжутнаго масла, нижній водный слой окрывается въ карминово-красный цвѣтъ. Если въ маслѣ находятся вещества, дающія окрашенные растворы съ одной соляной кислотой, то необходимо ихъ предварительно удалить взбалтываніемъ масла съ крѣпкой соляной кислотой.

Реакція на хлопчатниковое масло. Нагрѣваютъ въ пробиркѣ на водяной банѣ 15—30 минутъ равные объемы масла, амилового спирта и сѣроуглерода, содержащаго въ растворѣ 1% сѣрнаго цвѣта. Въ присутствіи хлопчатниковаго масла появляется характерное красное окрашиваніе. Нужно, впрочемъ, имѣть въ виду, что съ одной стороны, хлопчатниковое масло, нагрѣтое предварительно до 180—250° не дастъ этой реакціи, а съ другой стороны, ее можно обнаружить въ чистомъ коровьемъ маслѣ, приготовленномъ изъ молока коровъ, которыхъ кормили жмыхами хлопчатниковыхъ сѣмянъ.

Реакція съ азотной кислотой можетъ примѣняться для открытія хлопчатниковаго масла. Взбалтываютъ нѣсколько кубич. сантиметровъ масла съ такимъ же объемомъ азотной кислоты, уд. в. 1,375, и оставляютъ стоять около 24 часовъ; въ присутствіи хлопчатниковаго масла появляется бурое окрашиваніе цвѣта кофе.

Реакція Либермана на смоляныя кислоты. 1—2 к. с. жира растворяютъ при умеренномъ нагрѣваніи въ укусапомъ ангидридѣ. Послѣ охлажденія прибавляютъ одну каплю сѣрной кислоты, уд. вѣса 1,53 (смѣшиваютъ 34,7 к. с. концентрированной сѣрной кислоты съ 35,7

к. с. воды). Въ присутствіи смоляныхъ кислотъ появляется прекрасное фіолетово-красное окрашиваніе, которое скоро исчезаетъ. Такъ какъ ту же реакцію даетъ и холестеринъ, то, если подозрѣвается его присутствіе, смоляныя кислоты можно отдѣлать отъ холестерина при помощи ѣдкихъ щелочей.

Реакція съ сѣрной кислотой на присутствіе трескового жира. Одну каплю масла растворяютъ въ 20 капляхъ сѣроуглерода, и прибавляютъ къ раствору одну каплю крѣпкой сѣрной кислоты. Въ присутствіи трескового жира появляется фіолетовое окрашиваніе, скоро переходящее въ розовое и потомъ въ бурое.

Коровье масло въ зависимости отъ времени года (главнымъ образомъ въ зависимости отъ корма коровъ) бываетъ или довольно ярко окрашено въ желтый цвѣтъ или блѣдно. Такъ какъ ярко окрашенное масло выше цѣнится, то торговцы часто зимнее, слабо окрашенное, масло подкрашиваютъ. Для обнаруженія постороннихъ красящихъ веществъ (по Стеббину) отвѣшиваютъ въ стаканѣ 50 гр. профильтрованного жира, ставятъ на нагрѣтую водяную баню, прибавляютъ къ нему 5—10 гр. тонко измельченной валяльной глины и тщательно перемѣшиваютъ въ теченіе 2—3 минутъ. Затѣмъ, давъ отстояться жиру, по возможности, весь сливаютъ черезъ фильтръ, осѣвшую глину промываютъ бензоломъ до тѣхъ поръ, пока весь жиръ не будетъ удаленъ изъ глины. Послѣ этого глину нагрѣваютъ на водяной банѣ для удаленія бензола и обрабатываютъ ее трижды 94^o/₆-ымъ спиртомъ (всякій разъ беретъ спирта около 20 к. с.). Въ спиртовомъ растворѣ и будутъ все постороннія красящія вещества.

Для рѣшенія вопроса, какая краска прибавлена, спиртовую вытяжку дѣлятъ на нѣсколько частей и, затѣмъ, каждую порцію испытываютъ на присутствіе той или иной краски. Къ одной порціи прибавляется крѣпкая сѣрная кислота; посинѣніе жидкости и выпаденіе изъ нея по прибавленіи воды грязно-зеленыхъ хлопьевъ указываетъ на присутствіе орлеана. Если синее окрашиваніе переходитъ скоро въ лиловое или буро-фіолетовое, и если лимонная кислота въ другой порціи вызоветъ травянисто-зеленое окрашиваніе, то это указываетъ на сафлоръ. Если жидкость отъ сѣрной кислоты сначала сдѣлается розовой, а потомъ бурой, — присутствуетъ куркума. Ко второй части спиртовой вытяжки прибавляютъ амміаку или щелочей: желто-бурое окрашиваніе указываетъ на куркуму, зеленое — на морковную краску. Къ третьей части прибавляютъ основного уксусно-кислого свинца. Образованіе оранжеваго осадка указываетъ на шафранъ. Къ четвертой части прибавляютъ хлорнаго желѣза. Образованіе хлопьевъ черно-буратаго цвѣта указываетъ на подкраску ноготками, черно-бурое окрашиваніе — на сафлоръ, темно-буро-красное на шафранъ.

Для обнаруженія смоляныхъ пигментовъ 2—3 гр. масла растворяютъ въ 5 к. с. эфира и, хорошо взбалтавъ эфирный растворъ съ 5 к. с. соляной кислоты уд. в. 1,125, даютъ смѣси отстояться. Въ присутствіи смоляныхъ пигментовъ (азо-красокъ) соляная кислота окрасится въ красный цвѣтъ.

Константы нѣкоторыхъ жировъ—см. стр. 126—127.

Мыло.

Въ техническомъ смыслѣ мылами называются среднія щелочныя соли высшихъ жирныхъ кислотъ. Употребляемыя въ практикѣ мыла—обыкновенно натріевыя или калийныя соли преимущественно пальмитиновой, стеариновой и олеиновой, а также другихъ кислотъ, глицериды которыхъ часто встрѣчаются въ естественныхъ жирахъ. Въ зависимости отъ основанія отличаютъ натровыя мыла—твердыя, и калийныя—мягкія.

Твердыя мыла въ свою очередь дѣлятся на ядровыя, полуядровыя или эшвегерскія и клеевыя мыла.

Ядровыя мыла представляютъ изъ себя мыла, освобожденныя отъ избытка воды и отъ глицерина посредствомъ, такъ называемаго, отсаливанія т. е. осажденія мыла изъ раствора дѣйствіемъ поваренной соли или щелочи. Ядровое мыло состоитъ изъ кристаллической части (ядра) и некристаллической; мыла могутъ быть получены однороднаго цвѣта во всей массѣ—гладкія мыла, или могутъ имѣть мраморный видъ—мраморныя мыла, что происходитъ вслѣдствіе неравномѣрнаго распредѣленія окрашенныхъ примѣсей въ массѣ мыла.

При переплавленіи ядроваго мыла съ водою получаются шлифованныя или лощенные мыла, которыя могутъ быть только гладкія.

Полуядровыя или эшвегерскія содержатъ смѣсь мыла изъ обыкновенныхъ жировъ съ мыломъ изъ кокосоваго, или ядропальмоваго масла. Эти мыла содержатъ больше воды, нежели ядровыя, и нѣкоторое количество глицерина.

Клеевыя мыла представляютъ изъ себя застывшій мыльный клей изъ кокосоваго, или ядропальмоваго масла, къ которому иногда примѣшиваютъ мыла изъ другихъ жировъ. Они содержатъ наибольшее количество воды изъ всѣхъ твердыхъ мылъ, а также весь глицеринъ, образовавшійся при обмыливаніи. Этотъ сортъ мыла часто фальсифицируется мылами смоляныхъ кислотъ или посторонними веществами, изъ которыхъ одни увеличиваютъ щелочность мыла, какъ, на примѣръ, сода, растворимое стекло, другія увеличиваютъ твердость ($NaCl$, Na_2SO_4), наконецъ третьи увеличиваютъ только вѣсъ мыла (крахмалъ, глина, талькъ, криолитъ, песокъ и т. п.). Мыла, содержащія большое количество воды и примѣсей, носятъ названіе напониенныхъ, или каливныхъ мылъ.

Константы некоторых

М а с л о	Уд. в. при 15°	Температ. плавления и застывания	Рефракц. число при 20° или коэффци. преломле- ния
Оливковое масло изъ мяса оливокъ	0,914—0,919 въ рѣдкихъ случаяхъ 0,920—0,925	некоторые застываютъ только при —9°, боль- шинство при 0°	61,7—68,0
Оливковое масло изъ ко- сточекъ	0,918—0,920	—	—
Арахисовое масло . . .	0,9165—0,920	0—3°	63,2—69,5
Касторовое масло . . .	0,9600—0,9736	—10 — —18	при 15—1,4795 —1,4803
Миндальное масло . . .	0,916—0,920	—10 — —25	67,7
Кокосовое масло	0,925—0,938	Темп. заст. 14—23,1 Темп. пл. 20,3—28	1,441 при 60°
Пальмовое масло изъ пло- довъ	0,945—0,950 при 98°—100° 0,858—0,860	27—43 въ зависимости отъ старости	60°—1,451
Ядропальмовое масло . .	0,941—0,952	23—30	60°—1,4431
Масло какао	0,950—0,995 при 50°—0,892	Темп. пл. 29—34,5 Темп. заст. 21—23	40°—1,4565—1,4578 60°—1,4220
Хлопчатниковое масло .	0,922—0,928	3—4	72,7—76
Сурьинное масло	0,9123—0,9175	около 0° при продолж. охлажд.	69,5—76
Горчичное масло	0,916—0,920	—5	1,465
Подсолнечное масло . .	0,924—0,926 иногда 0,9325	—17 частью засты- ваетъ	72,2 при 25°
Конопляное масло	0,925—0,928 иногда 0,9310	заст. — 27,5	при 22° 34—37
Льняное масло	0,9305—0,9352	заст. — 27,5	84—90
Костяное масло	0,914—0,916	ниже 0	1,4664—1,4700
Свиное сало	0,931—3,938 при 100—0,858—0,860 15° 0,958—0,970	27—29,9	при 40°—49—51,2
Пчелиный воскъ	—	Т. заст. 60,5—62,8 Т. пл. 61,5—64,4	—
Карнаубскій воскъ . . .	при 15°—0,990—0,999	Т. заст. 80—81 Т. пл. 85—86	—
Японскій воскъ	0,975—0,978	Т. заст. 80,5—81,0 Т. пл. 80,5—83	—

жировъ (по Ubbelohde).

Число омыления	Йодное число	Рейхерта Мейсля	Число Ге- нера	Ацильное число	К и с л о т ы	
					Температ. застыв.	Температ. плавл.
190—193 большой частью около 190	79—85 б. ч. 82	0,3	94—96	4—10	21—24,6	24—27 рѣже 19—23
182—188,5	87—88	—	—	22,5	—	—
189—194	86—98 рѣже 103 82—88	0,5—1,6	94—96	3,4	28—29	28—33
176—183 чаще 186,6 190—196 чаще 191	93—102	1,1—28	—	146—156	2—3	10—13
246—258 чаще 268	8,6—9,4	5,6—7,4 иногда 8,4	82,4—90,5	0,9—12,3	9,5—10,1 (сладк.) 11,3—11,8 (горьк.) 21,2—25,2	12—15 24—27
196—207	51—58	0,5—1,87	95—97	0,7—1,8	40—46	44—45
241—250	10—18	5—7	87,6—91,1	1,9—4,8	20—25,5	25—28,5
192—194 иногда 200	34—37	0,3—1,6	94,6	—	46—50	48—50
191—198 чаще 195	103—110 иногда 117	0,4—1	95,9—96,2	16,6	30—35	35—38,5
171—179 чаще 175	97—105 иногда 108	0,25—0,4	95	6,3	11,7—13,6	16—21
174—175	96—107	—	95	—	15—17	16—17
188—194	122—125	—	95,0	—	17—18	22—23
190—194	157—166 иногда 140,5	—	—	7,5—20	15,6—16,6	17—19
190—195 иногда 187,6 иногда 200—221 191—203	171—190 чаще 182	0	95,5	8,5	19—20,6	17—21
195—197	44—75	0	—	11,3	37,5—39,5	44—75
90—98	53—64	0,3—0,9	93—98	2,6	34—42	35—43
79—95	7,9—11	0,34—0,54	—	15,24	—	—
80,5—93	13,5	—	—	55,25	—	—
—	—	—	—	—	—	—

Клеевые мыла бывают, обыкновенно, гладкія, но имъ можетъ быть приданъ мраморный видъ.

Затѣмъ, иногда отличаютъ еще туалетныя мыла — высшій сортъ твердыхъ натровыхъ мылъ, и прозрачныя мыла, которыя приготовляются изъ туалетныхъ мылъ или посредствомъ растворенія высушеннаго мыла въ спиртъ и послѣдующей отгонки спирта изъ раствора, или посредствомъ прибавленія къ мылу раствора сахара (для дешевыхъ сортовъ).

Мягкія мыла суть ни что иное, какъ клеевыя калиевыя мыла. Какъ приготовленныя безъ отсаливанія, они содержатъ весь глицеринъ, входившій въ составъ жира, избытокъ щелочи, потангъ, а также иногда самыя разнообразныя постороннія вещества.

Составъ наиболѣе употребительныхъ сортовъ мыла.

	Содержаніе жирныхъ кислотъ,	Na_2O	K_2O	H_2O
Ядровыя мыла	58—78%	6—10,2%	—	8,1—30%
Клеевыя мыла	22—19,8%	4,5—7%	—	33,2—73,5
Мягкія мыла.	34—51,7	—	7—10	38,3—57,0

Такъ какъ по внѣшнему виду часто бываетъ почти невозможно судить о достоинствѣ мыла, а также въ виду сильно распространенной фальсификаціи, приходится часто подвергать мыло химическому изслѣдованію.

При изслѣдованіи мыла обыкновенно опредѣляютъ количество связанной щелочи, свободныхъ ѣдкихъ щелочей, щелочныхъ солей угольной, борной и кремневой кислотъ, общее количество жира, количество воды. Вслѣдствіе того, что мыла при лежаніи на воздухѣ съ поверхности легко теряютъ воду, наружные слои мыла всегда отличаются по своему составу отъ внутреннихъ. Поэтому пробу необходимо брать изъ разныхъ мѣстъ внутреннихъ слоевъ, и сохранять ее въ стеклянкахъ съ хорошо притертыми пробками.

Опредѣленіе количества щелочныхъ металловъ.

Щелочные металлы въ мылѣ находятся 1) въ соединеніи съ жирами и соляными кислотами, 2) въ видѣ свободныхъ ѣдкихъ щелочей, 3) въ видѣ солей угольной, борной и кремневой кислотъ.

Опредѣленіе количества свободной ѣдкой щелочи и щелочныхъ металловъ, связанныхъ съ жирными кислотами.

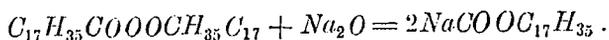
Прежде чѣмъ приступить къ количественному опредѣленію свободной ѣдкой щелочи, дѣлають качественную пробу на ея присутствіе. Для этого на свѣжій разрѣзъ мыла помѣщаютъ каплю спиртоваго раствора фенолфталеина. Если краснаго окрашиванія не появляется, то свободной щелочи нѣтъ. Если же появилось красное окрашиваніе, то это указываетъ на присутствіе ѣдкой щелочи; впрочемъ, необходимо имѣть въ виду, что и углекислыя, борнокислыя и кремнекислыя соли могутъ ее вызвать въ случаѣ присутствія въ мылѣ большого количества воды. Для опредѣленія свободныхъ ѣдкихъ щелочей растворяють 10—30 гр. мыла въ горячемъ абсолютномъ спиртѣ въ слабо закрытой пробкой колбѣ. Если въ мылѣ очень много воды, то ее нужно предварительно удалить высушиваніемъ мыла въ воздухѣ, не содержащемъ углекислаго газа. Для этого стружки мыла помѣщаютъ въ нагрѣваемую въ воздушной банѣ при 110° трубку, черезъ которую протягивають воздухъ, освобожденный отъ углекислоты. Горячій спиртовый растворъ мыла быстро отфильтровывается черезъ высушенный до постояннаго вѣса и взвѣшенный фильтръ; остатокъ на фильтрѣ промывается абсолютнымъ спиртомъ, и фильтратъ, послѣ прибавленія фенолфталеина, титрують $\frac{1}{10}$ нормальной соляной кислотой.

Правильно приготовленное мыло теоретически не должно содержать ѣдкой щелочи, но на практикѣ, въ виду того, что при отсаливаніи мыла ѣдкая щелочь можетъ быть увлечена выдѣляющейея массой, вслѣдствіе чего имѣеть нѣкоторое ея количество; если же ѣдкой щелочи совершенно не найдено, то это могло произойти отъ того, что при долгомъ храненіи мыла на воздухѣ вся ѣдкая щелочь превратилась въ углекислую.

Послѣ того какъ титрованіемъ въ присутствіи фенолфталеина было опредѣлено количество свободной ѣдкой щелочи, та жидкость, которая получилась послѣ титрованія, употребляется для опредѣленія щелочныхъ металловъ, связанныхъ съ жирными кислотами. Для этого къ ней прибавляють метилоранжа и вновь ее титрують децинормальнымъ растворомъ соляной кислоты.

Свободная щелочь перечисляется на KOH или $NaOH$ въ зависимости отъ того, какое было мыло. Количество щелочи, связанной съ жирными кислотами вычисляется на Na_2O или K_2O . При расчетѣ, по количеству связанной щелочи, количества мыла, средній молекулярный вѣсъ жирныхъ кислотъ принимается равнымъ 275, и затѣмъ, вычисленіе количества мыла производится на основаніи того, что окись натрія (или калия)

для образованія мыла соединяется съ частицей ангидрида кислоты, напр.



Опредѣленіе количества щелочныхъ металловъ, связанныхъ съ борной, угольной и кремневой кислотами, производится при изслѣдованіи остатка, не растворимаго въ спиртѣ.

Изслѣдованіе остатка, не растворимаго въ спиртѣ.

Остатокъ мыла, не растворимый въ спиртѣ (см. выше), высушивается до постояннаго вѣса при 100°, и взвѣшивается. Такимъ образомъ опредѣляется количество веществъ, не растворимыхъ въ спиртѣ. Въ хорошихъ сортахъ мыла количество этихъ веществъ бываетъ ничтожно, а въ прозрачныхъ мылахъ, приготовленныхъ при помощи спирта, его и совсѣмъ не бываетъ. Онъ состоитъ изъ веществъ растворимыхъ въ водѣ и нерастворимыхъ, которыя въ свою очередь могутъ быть или минеральными, или органическими.

Послѣ взвѣшиванія этотъ остатокъ растворяютъ въ холодной водѣ, и растворъ, въ которомъ будутъ находиться хлористыя, сѣрнокислыя, углекислыя и борнокислыя соли, а также нѣкоторыя органическія вещества, растворимыя въ водѣ, какъ напримѣръ, сахаръ, декстрины и т. п., титруютъ соляной кислотой, употребляя въ качествѣ индикатора метилоранжъ. Перечисливъ потраченную кислоту на Na_2O , находятъ общее количество щелочи, которое было связано съ борной, угольной и кремневой кислотами.

Для опредѣленія количества минеральныхъ веществъ, не растворимыхъ въ водѣ, нерастворимый остатокъ, полученный при обработкѣ водой, высушиваютъ, прокалываютъ для сжиганія органическихъ веществъ, и взвѣшиваютъ.

Для открытія присутствія въ мылѣ крахмала, остатокъ, полученный при раствореніи мыла въ спиртѣ, обрабатываютъ растворомъ іода. Послѣдніе осадка указываетъ на присутствіе крахмала. Если желательнo опредѣлить его количественно, то остатокъ полученный при раствореніи мыла въ спиртѣ, тщательно промытый холодной водой, кипятятъ въ колбѣ съ обратнымъ холодильникомъ съ разбавленной сѣрной кислотой для переведенія крахмала въ глюкозу, растворъ нейтрализуютъ, опредѣляютъ въ немъ количество глюкозы, откуда путемъ вычисленія находятъ количество крахмала (см. анализъ крахмала).

О реакціи на растительныя смолы см. изслѣдованіе маселъ.

Определение общего количества жира.

Большая часть жирных кислот, входящих въ составъ мыла, находится въ связанномъ состояніи въ видѣ натровой или калийной соли, но все-таки въ небольшомъ количествѣ онѣ могутъ быть или въ свободномъ состояніи, или въ видѣ необмыленного нейтрального жира. При опредѣленіи общаго количества жира 2,5—4 гр. мыла растворяютъ въ теплой водѣ, растворъ помѣщаютъ въ дѣлительную воронку, куда послѣ охлажденія прибавляютъ 25 к. с. эфира и 10 к. с. нормальной соляной кислоты, и сильно взбалтываютъ. Затѣмъ оставляютъ продолжительное время (часовъ 12) отстаиваться. Вполнѣ свѣтлый нижній водный слой спускается, а верхній эфирный профильтровывается черезъ сухой фильтръ во взвѣшенную колбочку. Водный слой вновь взбалтывается въ той же дѣлительной воронкѣ съ 15—20 к. с. эфира, и, послѣ отстаиванія, отдѣленный эфирный слой, профильтрованный черезъ тотъ же фильтръ, присоединяется къ первой эфирной вытяжкѣ. Изъ колбочки эфиръ отгоняется на водяной банѣ (см. опредѣл. жира въ мукѣ), а оставшійся жиръ высушивается до постоянного вѣса. Если, несмотря на продолжительное высушиваніе, не получается постоянного вѣса, то это указываетъ, что мыло приготовлено изъ такого жира, который содержитъ въ себѣ глицериды летучихъ жирныхъ кислотъ, т. е. или изъ кокосоваго, или ядропальмоваго масла. Это обстоятельство, т. е. трудность высушиванія до постоянного вѣса кислотъ ядропальмоваго масла дѣлаетъ опредѣленіе это весьма затруднительнымъ, потому что наблюдается даже при очень долгомъ высушиваніи нѣкоторая убыль въ вѣсѣ и не извѣстно, когда слѣдуетъ прекратить сушеніе: соглашеній на это, сколько извѣстно, нѣтъ.

Определение воды.

Прямое опредѣленіе воды въ мылѣ въ большинствѣ случаевъ совершенно не нужно: для представленія о достоинствѣ мыла достаточно знать количество жирныхъ кислотъ, входящихъ въ его составъ, и количество щелочныхъ металловъ (въ разныхъ видахъ). Въ тѣхъ же случаяхъ, когда почему-либо необходимо прямое опредѣленіе, помѣщаютъ мыло въ видѣ тонкихъ стружекъ въ фарфоровую чашечку, и взвѣшиваютъ его вмѣстѣ съ маленькой стеклянной палочкой, при помощи которой время отъ времени приходится разрушать корочку, образующуюся на мылѣ при его высушиваніи. Отвѣшенное количество мыла сначала держатъ нѣсколько часовъ при обыкновенной температурѣ въ эксиккаторѣ, и затѣмъ, высушиваютъ до постоянного вѣса въ сушильномъ шкафу при 100—110°. Нужно имѣть въ виду, что при сильно щелочныхъ мылахъ полное удаленіе воды такимъ высушиваніемъ удастся лишь съ большимъ трудомъ.

Скорѣе и все-таки довольно точно (съ точностью до 0,5%) можно опредѣлить содержаніе воды слѣдующимъ образомъ. Нагрѣваютъ на маленькомъ огнѣ въ платиновомъ тиглѣ 2,5—4 гр. мыла съ тройнымъ по вѣсу количествомъ продажной олеиновой кислоты, изъ которой летучія вещества удалены предварительнымъ нагрѣваніемъ до 120°. Нагрѣваніе тигля продолжаютъ до тѣхъ поръ, пока изъ его содержимаго выдѣляются пузырьки, и пока не получится прозрачный растворъ безводнаго мыла въ олеиновой кислотѣ. При изслѣдованіи мылъ, въ которыхъ находится большое количество неорганическихъ примѣсей, нельзя дожидаться, чтобы растворъ сдѣлался вполне прозрачнымъ, но все-таки моментъ полного улетучиванія воды можно легко замѣтить по тому, что муть, обусловленная присутствіемъ неорганическихъ примѣсей, рѣзко отличается отъ помутнѣнія, вызываемаго влажностью.

Крахмалъ.

Такъ какъ химическій составъ крахмала независимо отъ того, изъ какого растенія онъ полученъ, одинъ и тотъ же, то химическимъ путемъ рѣшить вопросъ, какого сорта данный крахмалъ, нельзя. Единственный для этого способъ—изслѣдованіе крахмала подъ микроскопомъ. Вслѣдствіе того, что зерна различныхъ сортовъ крахмала сильно различаются по своей величинѣ и виду, это не представляетъ особеннаго затрудненія.

Для распознаванія сортовъ пользуются слѣдующими признаками:

1) Зерна картофельнаго крахмала яйцевидны (рис. 38), въ разрѣзѣ круглы; только зерна очень молоды, не развившіяся, не имѣющія ясно

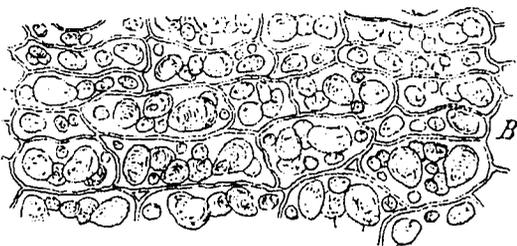


Рис. 38.

выраженаго слоистаго строенія шарообразныя. Ядро лежитъ почти всегда эксцентрично въ суженномъ концѣ. Эксцентрическіе слои многочисленны и ясно выражены.

2) Зерна крахмала ржи, пшеницы (рис. 39) и ячменя такъ похожи другъ на друга,

что распознать ихъ почти невозможно, но все они имѣютъ такой видъ, что легко могутъ быть отличены отъ другихъ сортовъ крахмала. Зерна у нихъ только двухъ размѣровъ—или большія, или маленькія, промежуточныхъ нѣтъ. Большія зерна имѣютъ форму линзъ, маленькія шарообразны, иногда имѣютъ видъ многогранниковъ. Слоистости или совершенно нѣтъ, или только очень небольшая. Само ядро рѣдко можно замѣтить, но мѣсто,

гдѣ находится ядро, иногда бываетъ обозначено одной, или нѣсколькими болѣе или менѣе замѣтными трещинками. Мелкія зерна всегда не слонсты.

3) Крахмалъ изъ овса (рис. 40) состоитъ частью изъ сложныхъ зеренъ, т. е. 20 — 70 простыхъ зеренъ бываютъ соединены въ эллипсоидальный конгломератъ. Каждое зерно, входящее въ составъ конгломерата, представляетъ изъ себя большей частью неправильный многогранникъ съ 3—6 углами. Простыя же зерна круглы, бочкообразны, не имѣютъ граней, ибо они не являются осколками сложныхъ зеренъ.

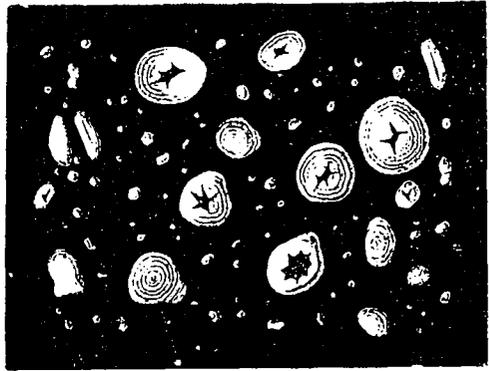


Рис. 39.

4) Рисовый крахмалъ (рис. 41) состоитъ изъ сложныхъ и простыхъ зеренъ. Сложныя зерна образованы изъ 2 — 100 отдѣльностей. Каждый осколокъ сложнаго зерна, обыкновенно, 5- или шестигуленъ, и на мѣстѣ ядра имѣетъ звѣздообразную пустоту. Простыя зерна совершенно такого же вида, какъ и осколки сложныхъ, потому что они бываютъ набиты въ клѣточкахъ риса плотную одно къ другому.

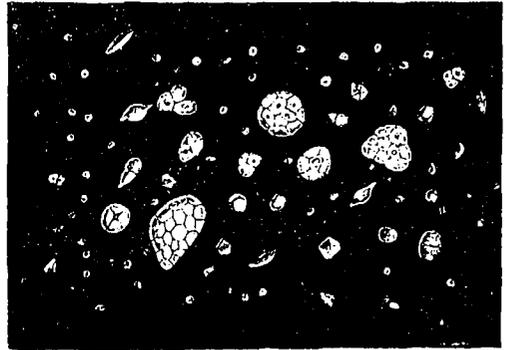


Рис. 40.

5) Зерна маисоваго крахмала (рис. 42), бываютъ 3-хъ родовъ. Во внѣшней части зерна маиса простыя

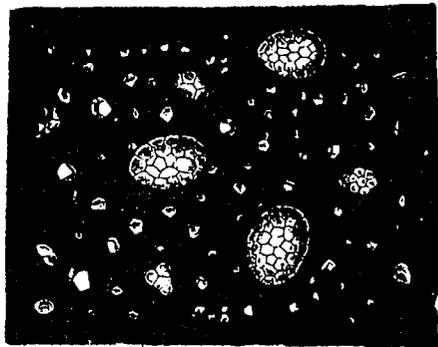


Рис. 41.

зерна крахмала плотно прилегаютъ другъ къ другу и образуютъ ложныя сложныя зерна, во внутренней части много простыхъ зеренъ, кромѣ того, въ небольшомъ количествѣ встрѣчаются и настоящія сложныя зерна. Простыя зерна круглы, шарообразны или эллипсоидальны, сложныя же зерна

и осколки сложных органичены прямыми плоскостями. Въ большей части зеренъ находится ядро. Сухія зерна имѣютъ трещины, идущія отъ ядра. Слонность замѣчается кое-гдѣ.

Опредѣленіе воды въ крахмалѣ.

Количество воды въ крахмалѣ можетъ быть очень различно. Картофельный крахмалъ, такъ называемый зеленый, т. е. только что добытый



Рис. 42.

и еще не сушеный, содержитъ, если онъ взятъ изъ промытыхъ чашовъ, 45—66% воды, изъ центрофугъ 36—38%. Высушенный при 100—120°, онъ вполне теряетъ воду. Если такой крахмалъ оставить на воздухѣ, то онъ жадно поглощаетъ влагу, совершенно не измѣняя своего вида, и только тогда, когда количество поглощенной воды дойдетъ до 36%, онъ начинаетъ сжиматься въ комки.

Независимо отъ происхождения, все сорта крахмала ведутъ себя въ этомъ отношеніи одинаково. Въ хорошемъ продуктѣ воды не должно быть болѣе 20—21%.

Вода въ крахмалѣ можетъ быть опредѣлена двумя способами: прямымъ и по Шейблеру.

При прямомъ опредѣленіи 10 гр. крахмала отвѣшиваютъ въ легкомъ стеклянномъ стаканчикѣ съ шлифованной крышечкой, и сушатъ его въ сушильномъ шкафу сначала при 40—50° въ теченіе 1 часа и потомъ въ теченіи 4 часовъ при 120°, даютъ охладиться въ эксикаторѣ, и затѣмъ взвѣшиваютъ. Разница между первымъ и вторымъ взвѣшиваніемъ покажетъ количество воды. При этомъ опредѣленіи особенное вниманіе нужно обращать на то, чтобы температура сушильнаго шкафа не поднималась выше 50° до тѣхъ поръ, пока большая часть воды не будетъ удалена.

Методъ Шейблера основанъ на томъ, что если мы возьмемъ 1 вѣсовую часть крахмала, содержащаго 11,4% воды, и взболтаемъ его съ 2 частями 90% (объем.) спирта (уд. в. 0.8339), то ни спиртъ не будетъ отнимать воду отъ крахмала, ни крахмалъ отъ спирта, т. е., послѣ настаиванія такого крахмала съ 90% спиртомъ удѣльный вѣсъ послѣдняго не измѣнится; болѣе же влажный крахмалъ отдастъ часть своей воды спирту, болѣе же сухой отнимаетъ воду отъ спирта.

Для опредѣленія воды въ крахмалѣ, по Шейблеру, 41,7 гр. крахмала обливаютъ 100 к. с. 90% спирта въ хорошо закрываемомъ сосудѣ, и оставляютъ часть стоять, часто побалтывая. Затѣмъ отфильтровываютъ спиртъ черезъ сухой фильтръ, и опредѣляютъ удѣльный въѣсъ фильтрата. Количество воды узнается по таблицѣ.

Содержаніе воды въ крах- малѣ.	Градусы Траулеса.	Удѣльный въѣсъ спирта.	Содержаніе воды въ крах- малѣ.	Градусы Траулеса.	Удѣльный въѣсъ спирта.	Содержаніе воды въ крах- малѣ.	Градусы Траулеса.	Удѣльный въѣсъ спирта.
0	93,3	0,8226	22	86,4	0,8455	44	79,7	0,8643
1	93,1	0,8234	23	86,1	0,8465	45	79,5	0,8651
2	92,9	0,8243	24	85,8	0,8474	46	79,2	0,8658
3	92,6	0,8253	25	85,5	0,8484	47	78,9	0,8665
4	92,3	0,8262	26	85,2	0,8493	48	78,6	0,8673
5	92,0	0,8271	27	84,9	0,8502	49	78,4	0,8680
6	91,7	0,8281	28	84,6	0,8511	50	78,1	0,8688
7	91,4	0,8291	29	84,3	0,8520	51	77,8	0,8695
8	91,2	0,8300	30	84,0	0,8529	52	77,5	0,8703
9	90,9	0,8311	31	83,7	0,8538	53	77,3	0,8710
10	90,5	0,8323	32	83,4	0,8547	54	77,1	0,8716
11	90,1	0,8335	33	83,1	0,8555	55	76,8	0,8723
12	89,8	0,8346	34	82,8	0,8563	56	76,5	0,8731
13	89,5	0,8358	35	82,5	0,8571	57	76,3	0,8738
14	89,1	0,8370	36	82,2	0,8579	58	76,0	0,8745
15	88,7	0,8382	37	81,9	0,8587	59	75,7	0,8753
16	88,3	0,8394	38	81,6	0,8595	60	75,4	0,8760
17	88,0	0,8405	39	81,3	0,8603	61	75,2	0,8767
18	87,7	0,8416	40	80,9	0,8612	62	74,9	0,8775
19	87,4	0,8426	41	80,6	0,8620	63	74,6	0,8784
20	87,1	0,8436	42	80,3	0,8627	64	74,3	0,8791
21	86,7	0,8446	43	80,0	0,8635	65	74,0	0,8797

Испытаніе на кислотность.

Крахмалъ, разсыпанный гладкимъ слоемъ, смачиваютъ 1—3 каплями нейтральной лакмусовой настойки. Если лакмусъ окрашивается въ вишне-красный цвѣтъ, то крахмалъ кисель, если же появляется кирпично-красное окрашиваніе, то продуктъ—сильно кисель.

Опредѣленіе загрязненія и примѣсей.

Крахмалъ можетъ быть загрязненъ нескормъ, угольной пылью, оболочками клѣточекъ растенія, изъ котораго онъ добывался, плѣсневыми грибами и т. п. (это — такъ называемыя пятна); кромѣ того иногда его фальсифицируютъ, подмѣшивая къ дорогому сорту крахмала дешевый, или, что бываетъ рѣже, прибавляя гипсъ, мѣль, тяжелый шпатъ и т. д.

Для опредѣленія качества загрязненія осаживаютъ изслѣдуемый продуктъ при помощи діастаза (см. опредѣленіе крахмала въ картофелѣ) и неосахаренный остатокъ изслѣдуютъ подъ микроскопомъ при увеличеніи въ 300 разъ. Количество пятенъ опредѣляютъ числомъ загрязняющихъ веществъ, приходящихся на 1 кв. сант. поверхности крахмала. Для этого изслѣдуемый продуктъ помѣщаютъ на листъ бумаги, и гладко разравниваютъ. На образованную такимъ образомъ крахмальную плоскость кладутъ стекло, напр., предметное стекло, примѣняемое при работахъ съ микроскопомъ, и считаютъ число загрязнителей, оказавшихся подъ стекломъ. Затѣмъ крахмалъ сгребаютъ въ кучку, вновь разравниваютъ на бумагѣ, и вновь считаютъ число загрязнителей. Этотъ счетъ повторяютъ нѣсколько разъ. Раздѣливъ среднее изъ найденныхъ чиселъ на площадь стекла въ кв. сантиметрахъ, находимъ число пятенъ, приходящихся на 1 кв. сант.

Количество минеральныхъ примѣсей опредѣляютъ, сжигая опредѣленную навѣску крахмала въ тиглѣ.

Изъ примѣсей, встрѣчающихся въ крахмалѣ, особенно вредны, при примѣненіи его въ ситцепечатномъ дѣлѣ для загустки, минеральныя вещества; песокъ, при содержаніи уже въ $\frac{1}{2}\%$, дѣлаетъ крахмалъ неподходящимъ для печатнаго дѣла, такъ какъ онъ сильно портитъ валы и ракли печатной машины.

При оцѣнкѣ крахмала обращается вниманіе на его цвѣтъ и величину крахмальныхъ зеренъ. Зерна картофельнаго крахмала перваго сорта (Prima) имѣютъ діаметръ 21—31 μ (микромиллиметровъ), втораго сорта (Secunda) 12,5—21. Опредѣленіе величины зеренъ производится при помощи микроскопа. Пшеничный крахмалъ оцѣнивается главнымъ образомъ по цвѣту (Prima, Secunda и т. д.).

Составъ продажнаго крахмала.

	Картофельный крахмалъ.		Пшеничный крахмалъ.	
Вода	17,88	15,38	14,20	17,44
Клейковина	—	—	1,84	слѣды
Волокна	0,48	0,5	3,77	1,2
Зола	0,21	0,53	0,55	0,4
Крахмалъ	81,48	83,59	79,63	81,32

Картофель и другіе матеріалы, служащіе для добыванія крахмала.

Достоинство матеріаловъ, примѣняемыхъ въ крахмальномъ производствѣ, опредѣляется не только содержаніемъ въ нихъ крахмала, но также и другими ихъ свойствами. Крахмалъ тѣмъ легче извлекается изъ какихъ-либо частей растений, чѣмъ меньшей плотностью обладаетъ ткань, его заключающая, и чѣмъ меньше она содержитъ азотистыхъ веществъ, облекающихъ крахмальныя зерна. Поэтому въ то время, какъ при оцѣнкѣ картофеля, какъ матеріала для крахмального производства, обыкновенно достаточно бываетъ опредѣлить въ немъ содержаніе крахмала, при оцѣнкѣ пшеницы приходится опредѣлять и количество бѣлковыхъ веществъ, потому что твердая пшеница, содержащая большое количество клейковины, не годна для крахмального производства, а мягкая, съ малымъ количествомъ азотистыхъ веществъ, наиболѣе для этого пригодна.

Опредѣленіе крахмала.

Опредѣленіе крахмала въ сырыхъ матеріалахъ иногда производится простымъ вымываніемъ его, т. е. также, какъ и добываніе его на заводахъ. Хотя этотъ методъ очень не точенъ (иногда находятъ 14—15% крахмала въ продуктѣ, въ которомъ его 21%), но тѣмъ не менѣе онъ довольно часто примѣняется, потому что простъ и не требуетъ почти никакихъ приспособленій.

Отвѣшенное количество изслѣдуемаго вещества, измельченнаго въ муку, тщательно промываютъ водой на ситѣ изъ газа, или просто на полотнѣ до тѣхъ поръ, пока вода не пойдетъ совершенно прозрачной. Прошедшія черезъ сито или полотно воды собираютъ, и даютъ имъ отстояться. Послѣ отстаиванія деkantируютъ, вновь наливаютъ воды, разбалтываютъ осѣвшій крахмалъ съ водой, и вновь даютъ отстояться. Пов-

торнив эту операцию в несколько разъ и промывъ, такимъ образомъ, крахмалъ, его собираютъ въ чашечку, осторожно высушиваютъ сначала при 40—50°, а потомъ до постоянного вѣса при 100—110°.

Опредѣленіе содержанія крахмала въ картофелѣ по удѣльному вѣсу.

Такъ какъ сухое вещество картофеля состоитъ главнымъ образомъ изъ крахмала, то, зная удѣльный вѣсъ картофеля, можно судить о содержаніи въ немъ крахмала. Хотя цифры, полученныя такимъ путемъ, и не очень точны, именно—онѣ могутъ отклоняться въ ту и другую сторону на 1%, но влѣдствіе того, что опредѣленія удѣльнаго вѣса производятся очень быстро, такой способъ опредѣленія содержанія крахмала въ картофелѣ является очень употребительнымъ.

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса можетъ быть произведено 2 способами.

Первый способъ—Крокера (непрямой способъ): 20—30 штукъ картофеля помѣщаютъ въ цилиндрической сосудъ, куда сначала наливаютъ чистой воды, и потомъ, при постоянномъ помѣшиваніи, прибавляютъ концентрированнаго раствора поваренной соли до тѣхъ поръ, пока $\frac{1}{3}$ вѣсъ картофеля не будетъ плавать на поверхности, $\frac{1}{3}$ будетъ находится посрединѣ сосуда и $\frac{1}{3}$ лежать на днѣ. Это произойдетъ тогда, когда удѣльный вѣсъ раствора соли сдѣлается равнымъ удѣльному вѣсу картофеля. Значитъ, чтобы найти удѣльный вѣсъ картофеля, нужно опредѣлить удѣльный вѣсъ раствора, что производится при помощи ареометровъ. Зная удѣльный вѣсъ, находимъ содержаніе крахмала по таблицѣ.

Удѣльный вѣсъ.	% твердаго вещества.	% крахмала.	Удѣльный вѣсъ.	% твердаго вещества.	% крахмала.	Удѣльный вѣсъ.	% твердаго вещества.	% крахмала.	Удѣльный вѣсъ.	% твердаго вещества.	% крахмала.
1,080	19,7	13,9	1,100	24,0	18,2	1,120	28,3	22,5	1,140	32,5	26,7
081	19,9	14,1	101	24,2	18,4	121	28,5	22,7	141	32,8	27,0
082	20,1	14,3	102	24,4	18,6	122	28,7	22,9	142	33,0	27,2
083	20,3	14,5	103	24,6	18,8	123	28,9	23,1	143	33,2	27,4
084	20,5	14,7	104	24,8	19,0	124	29,1	23,3	144	33,4	24,6
085	20,7	14,9	105	25,0	19,2	125	29,3	23,5	145	33,6	27,8

Удельный вѣсъ.	% твердаго вещества.	% крахмала.									
086	20,9	15,1	106	25,2	19,4	126	29,5	23,7	146	33,8	28,0
087	21,2	15,4	107	25,5	19,7	127	29,8	24,0	147	34,1	28,3
088	21,4	15,6	108	25,7	19,9	128	30,0	24,2	148	34,3	28,5
089	21,6	15,8	109	25,9	20,1	129	30,2	24,4	149	34,5	28,7
1,090	21,8	16,0	1,110	26,1	20,3	1,130	30,4	24,6	1,150	34,7	28,9
091	22,0	16,2	111	26,3	20,5	131	30,6	24,8	151	34,9	29,1
092	22,2	16,4	112	26,5	20,7	132	30,8	25,0	152	35,1	29,3
093	22,4	16,6	113	26,7	20,9	133	31,0	25,2	153	35,4	29,6
094	22,7	16,9	114	26,9	21,2	134	31,3	25,5	154	35,6	29,8
095	22,9	17,1	115	27,2	21,4	135	31,5	25,7	155	35,8	30,0
096	23,1	17,3	116	27,4	21,6	136	31,7	25,9	156	36,0	30,2
097	23,3	17,5	117	27,6	21,8	137	31,9	26,1	157	36,1	30,4
098	23,5	17,7	118	27,8	22,0	138	32,1	26,3	158	36,4	30,6
099	23,7	17,9	119	28,0	22,2	139	32,3	26,5	159	36,6	30,8

Второй способ (прямой). Удельный вѣсъ какого-либо твердаго тѣла опредѣляется по формулѣ $S = \frac{g}{V}$

гдѣ S — удельный вѣсъ, g — вѣсъ извѣстнаго тѣла, а V — вѣсъ вытѣсняемой даннымъ тѣломъ воды. Такимъ образомъ, по отношенію къ картофелю дѣло сводится къ опредѣленію, сколько вѣситъ вода, вытѣсняемая даннымъ вѣсовымъ количествомъ картофеля. По методу Стомана поступаютъ такъ. Наливаютъ изъ измѣрительнаго сосуда воду въ стеклянный сосудъ, емкостью около 3 литровъ (рис. 43), до тѣхъ поръ, пока уровень воды не коснется острія, висящаго въ стаканѣ. Количество налитой воды замѣчаютъ. Затѣмъ воду выливаютъ, а въ сосудъ помещаютъ 1000 гр. картофеля, и вновь наливаютъ воду до того-же уровня. Конечно, ея пойдетъ меньше и именно на столько, каковъ объемъ помещеннаго картофеля.

Эта-то не прилитая во второй раз сравнительно съ первымъ вода и показывается, сколько вѣситъ вода, вытѣсненная даннымъ количествомъ картофеля, ибо 1 к. с. воды вѣситъ 1 граммъ.

Примѣръ. Въ цилиндръ безъ картофеля до острія было налито 2950 к. с.

Въ цилиндръ съ 1000 гр. карт. до острія было налито 2049 к. с.

Объемъ вытѣсненной картофелемъ воды = 901 к. с.

Отсюда уд. в. картофеля $S = \frac{1000}{901} = 1.109$.

При приемѣ большихъ партій картофеля пользуются для опредѣленія его удѣльнаго вѣса картофельными вѣсами Реймана (рис. 44). Это

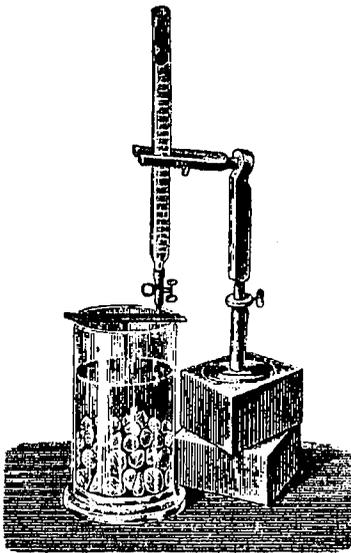


Рис. 43.

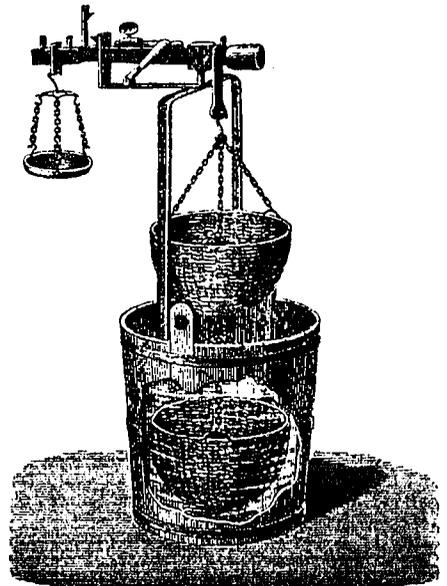


Рис. 44.

обыкновенные десятичные вѣсы, у которыхъ на длинномъ плечѣ находится чашка для разновѣса, а на короткомъ 2 корзины, висящія другъ надъ другомъ. Вѣсы прикреплены къ кадкѣ, въ которой находится нижняя корзина. Опредѣленіе ведется такъ. Прежде всего наполняютъ кадку водою $17,5^{\circ}C$ ($14^{\circ}R$) такъ, чтобы нижняя корзина вполне была ею покрыта. Затѣмъ, приведя вѣсы въ равновѣсіе, отвѣшиваютъ въ верхней корзинѣ ровно 5 килограммовъ изслѣдуемаго картофеля и сейчасъ-же, перемѣстивъ его въ нижнюю корзину, вновь взвѣшиваютъ. По вышеприведенной формулѣ или по таблицамъ находятъ его удѣльный вѣсъ, а по удѣльному вѣсу содержаніе крахмала.

При опредѣленіи удѣльнаго вѣса картофеля по этому способу необходимо имѣть въ виду слѣдующее:

1) Вода наливаемая въ кадку, должна быть или дистиллированная или дождевая.

2) Температура воды должна быть точно равна $17,5^{\circ}\text{C}$ (14°F), потому что для этой температуры составлены таблицы.

3) Нижняя корзина не должна касаться боковъ бочки и должна быть одинаково погружена, какъ при установкѣ вѣсовъ, такъ и при взвѣшиваніи картофеля.

4) Для опредѣленія слѣдуетъ брать не меньше 5 килограммовъ картофеля.

5) Картофель передъ опытомъ долженъ быть тщательно очищенъ щеткой и отмытъ отъ грязи, а потомъ на сухо вытертъ тряпкой.

6) Большой, гнилой, незрѣлый и сильно проросшій картофель не даетъ правильныхъ результатовъ, ибо таблицы составлены для здороваго нормальнаго картофеля. Клубни, плавающія на водѣ, должны быть отброшены. Промерзлый картофель долженъ быть оттаянъ въ теплой водѣ, и въ такомъ случаѣ съ нимъ могутъ быть получены результаты, отклоняющіеся отъ действительныхъ не больше 1%. (Полученные результаты — больше действительныхъ).

7) Пузырьки воздуха, прилипшіе къ клубнямъ, должны быть удалены при взвѣшиваніи въ водѣ. Этого достигаютъ, нѣсколько разъ поднимая и опускавая корзину.

Методы опредѣленія крахмала на основаніи удѣльнаго вѣса даютъ достаточно хорошіе результаты при примѣненіи ихъ къ картофелю, что же касается другихъ матеріаловъ идущихъ, для приготовления крахмала, то при ихъ анализѣ крахмаль приходится опредѣлять химическимъ способомъ.

Химическій способъ основанъ на переведеніи крахмала въ глюкозу, количество которой потомъ опредѣляется при помощи фелинговой жидкости. Хотя для переведенія крахмала въ глюкозу можно было бы воспользоваться дѣйствіемъ минеральныхъ или органическихъ кислотъ, но благодаря тому, что при этомъ переходятъ въ глюкозу, кромѣ крахмала, и другія вещества, при точномъ анализѣ приходится пользоваться дѣйствіемъ діастаза.

При опредѣленіи крахмала по этому способу слѣдуетъ обращать особенное вниманіе на возможно совершенное измельченіе вещества, которое производится обыкновенно при помощи различныхъ мельницъ: чѣмъ болѣе тонкаго помола при этомъ получится мука, тѣмъ легче потомъ идетъ осахариваніе при помощи діастаза.

Самое определенное ведут так. Навѣску около 3 граммовъ помѣщаютъ въ колбу, емкостью около 500 к. с. такъ, чтобы оно не осталось на горлышкѣ колбы. Въ колбу приливаютъ около 20 к. с. холодной воды и, побалтывая ее содержимое, стараются достигнуть однородной молочной жидкости. При анализѣ пшеницы это удается только съ трудомъ, при чемъ приходится стеклянной палочкой осторожно, дабы не пробить дно колбы, разминать образующіеся комочки. Затѣмъ при постоянномъ сильномъ помѣшиваніи прибавляютъ въ колбу 100—150 к. с. кипящей воды, послѣ чего колбу нагреваютъ на водяной банѣ, чтобы перевести крахмалъ въ клейстеръ. При этомъ нужно заботиться, чтобы крахмалъ не пригорѣлъ къ стѣнкамъ, и чтобы не образовалось комочковъ. Всего этого можно достигнуть, если при нагреваніи колбы на водяной банѣ, перебалтывать ее содержимое возможно чаще.

По окончаніи нагреванія колбу охлаждають до 50—56° и прибавляютъ 3—5 капель глицериноваго раствора діастаза или, что удобнѣе, очень небольшое количество (на кончикѣ перочиннаго ножа) сухого діастаза. Если крахмальный клейстеръ будетъ имѣть температуру выше 70°, то діастазъ можетъ при этомъ совершенно потерять свою осахаривающую способность. Затѣмъ, помѣстивъ въ содержимое колбы термометръ, ее держатъ въ термостатѣ или на водяной банѣ при 55°—65° около 1—2 часовъ до тѣхъ поръ, пока весь крахмалъ не перейдетъ въ мальтозу и декстрины. Для того, чтобы узнать, сполна ли произошелъ этотъ переходъ, при помощи тоненькой трубочки достаютъ со дна небольшое количество осадка и, послѣ охлаждения, прибавляютъ къ нему каплю іода въ іодистомъ каліи. Отсутствіе синяго окрашиванія указываетъ, что превращеніе крахмала закончилось. Послѣ этого содержимое колбы охлаждають, переливаютъ его въ мѣрную колбу въ 500 к. с., доливаютъ водой до черты, взбалтываютъ, даютъ отстояться и отфильтровываютъ черезъ сухой фильтръ въ другую мѣрную колбу 250 к. с. Отмѣренный такимъ образомъ растворъ мальтозы и декстрина переливаютъ въ обыкновенную колбу, куда прибавляютъ 25 к. с. соляной кислоты, уд. в. 1,125 (25%), и нагреваютъ въ кипящей водяной банѣ въ теченіе трехъ часовъ. Кислую жидкость послѣ охлаждения¹⁾ нейтрализуютъ ѣдкимъ натромъ. Нейтрализацию удобно производить такъ. Въ колбу съ растворомъ глюкозы бросаютъ лакмусовую бумажку и приливаютъ ѣдкой щелочи до тѣхъ поръ, пока бумажка не посинѣетъ. Затѣмъ приливаютъ разбавленной соляной кислоты до слабо кислой реакціи. (Слабо кислая реакція не такъ вредитъ при определеніи, какъ щелочная). Послѣ нейтрализаціи растворъ доводятъ въ мѣрной колбѣ до 500

¹⁾ Глюкоза разрушается при нагреваніи съ ѣдкой щелочью.

к. с. и, тщательно перемѣшивая растворъ, опредѣляютъ въ немъ количество глюкозы объемнымъ или вѣсовымъ способомъ.

Объемный способъ опредѣленія глюкозы.

Нейтрализованный, какъ указано выше, растворъ долженъ содержать отъ 0,1 до 0,2₀/₀ глюкозы; если по предварительному опыту онъ оказался болѣе крѣпкимъ, то его слѣдуетъ, разбавивъ водой, довести до указанной концентрации. Такой растворъ наливаютъ въ бюретку. Въ небольшую колбочку, емкостью около 50 к. с., отмѣриваютъ пипеткой совершенно точно 10 к. с. фелинговой жидкости (см. приложения) и разбавляютъ ее равнымъ объемомъ воды. Поставивъ колбу на сѣтку, нагреваютъ до кипѣнія и приступаютъ къ предварительному опредѣленію количества раствора глюкозы, необходимаго для возстановленія 10 к. с. фелинговой жидкости. Приливъ изъ бюретки нѣкоторый объемъ (напр. 10 к. с.) раствора глюкозы, кипятятъ двѣ минуты и, затѣмъ, поставивъ колбочку на столъ, по осѣданіи осадка наблюдаютъ цвѣтъ жидкости: если онъ синеватый, то глюкозы прибавлено мало. Тогда приливаютъ изъ бюретки въ ту же колбочку еще сахарнаго раствора (напр. 5 к. с.), снова кипятятъ и смотрятъ черезъ жидкость на кусокъ бѣлой бумаги. При такихъ условіяхъ можно довольно точно уловить количество сахарнаго раствора, которое нужно прибавить, чтобы въ жидкости не было соли окиси мѣди, что узнается по отсутствію синей окраски. Положимъ для уничтоженія синей окраски потребовалось прибавить всего 20 к. с. глюкозы. Тогда, тщательно вымывъ колбочку, лучше даже соляной кислотой, а затѣмъ водой, чтобы совершенно не осталось и слѣдовъ закиси мѣди, наливаютъ въ нее снова 10 к. с. фелинговой жидкости и 10 к. с. воды, нагреваютъ до кипѣнія и, приливъ сразу немного менѣе сахарнаго раствора, чѣмъ по предварительному опыту требуется для полного обезцвѣчиванія (напр. 18 к. с.), наблюдаютъ, послѣ двухминутнаго кипяченія, окрашиваніе жидкости. Если оно голубое, то прибавляютъ еще 0,5 к. с. сахарнаго раствора, нагреваютъ и снова наблюдаютъ цвѣтъ раствора. Если синей окраски не замѣтно, то дѣлаютъ съ растворомъ болѣе точную пробу на присутствіе соли окиси мѣди въ растворѣ. Для этого, заготовивъ нѣсколько совершенно чистыхъ пробирокъ, отфильтровываютъ въ нихъ быстро, черезъ двойной или тройной фильтръ, по небольшому количеству раствора. Фильтрованіе необходимо производить быстро, и фильтръ тотчасъ по отфильтровываніи удалить для того, чтобы закись мѣди на фильтрѣ не окислилась на воздухѣ въ окись мѣди, способную растворяться въ щелочномъ растворѣ. Черезъ нѣсколько фильтровъ приходится фильтровать потому, что закись мѣди очень склонна проходить черезъ поры фильтра; въ нѣсколько пробирокъ фильтруютъ по-

тому, что иногда въ первыхъ порціяхъ фильтрата закисъ мѣди есть, а въ слѣдующихъ нѣтъ. Къ тѣмъ пробирочкамъ, въ которыхъ получился совершенно прозрачный и безцвѣтный фильтратъ, прибавляютъ уксусной кислоты (по 0,5 к. с.) и затѣмъ нѣсколько капель свѣжеприготовленнаго раствора желтой кровяной соли. Если присутствуетъ въ растворѣ соль мѣди, то появляется красновато-бурое окрашиваніе или даже осадокъ. Если окрашиванія нѣтъ, то мѣди нѣтъ, и, вѣроятно, имѣется избытокъ глюкозы. Положимъ, окрашиванія нѣтъ, тогда, припомнимъ, что въ нашемъ примѣрѣ при 18 к. с. глюкозы мѣдь еще была замѣтна, а при 19, предположимъ, окрашиванія нѣтъ, мы заключаемъ, что истинное количество глюкозы, необходимое для возстановленія 10 к. с. фелинговой жидкости, находится между 18 и 19 к. с.

Когда этими предварительными опытами установлены приблизительные предѣлы, то переходятъ къ нахожденію точнаго соотношенія. При этомъ необходимо вести опытъ въ строго опредѣленныхъ условіяхъ, беря каждый разъ новыя 10 к. с. фелинговой жидкости и 10 к. с. воды, необходимо приливать растворъ глюкозы сразу, кипятить двѣ минуты и дѣлать пробу, какъ описано выше. Такимъ образомъ, дѣлая рядъ пробъ съ количествами сахарнаго раствора, возрастающими на 0,2 к. с., начиная отъ 18,2 кс., легко найти тѣ тѣсные предѣлы (напр. 18,3 мало и 18,5 много), между которыми лежитъ объемъ сахарнаго раствора, который какъ разъ возстановляетъ 10 к. с. фелинговой жидкости. Если фелингова жидкость точно и не давно приготовлена, то 10 к. с. ея отвѣчаютъ, какъ разъ, 0,0509 гр. глюкозы. Для расчисленія по найденному количеству глюкозы количества крахмала, надо имѣть въ виду; что 100 частямъ глюкозы отвѣчаетъ 90 частей крахмала.

Прежде чѣмъ приступить къ высокому опредѣленію глюкозы необходимо приготовить асбестовый фильтръ. Для этого изъ тугоплавкаго стекла дѣлается трубочка, состоящая изъ двухъ частей: болѣе широкой, діаметромъ 1,5—2 см., и болѣе узкой, діаметр. $\frac{1}{2}$ — $\frac{3}{4}$ см. Длина широкой части трубки должна быть 10—12 см., а узкой 5—7 см.

Для приготовленія асбестоваго фильтра асбестъ обрабатывается предварительно слѣдующимъ образомъ. Пучекъ длиннаго волокнистаго асбеста кладутъ на стеклянную пластинку и, придерживая его, наскобливаютъ короткія волокна острымъ ножомъ, который держатъ лезвіемъ впередъ подъ острымъ угломъ къ асбесту. Наскобливъ значительное количество асбеста, кипятятъ его съ крѣпкой азотной кислотой, затѣмъ — съ крѣпкимъ вѣдымъ кали, промываютъ водою и, прокаливъ, отмучиваютъ водою слишкомъ мелкія волокна. Сохраняютъ асбестъ въ банкахъ подъ водою.

Въ суженную часть приготовленной, какъ описано выше, стеклянной трубки (именно въ мѣсто перехода широкой части въ узкую) кладутъ ку-

сочек длиноволокнистаго асбеста. Такъ какъ положенный въ узкую часть трубочки длиноволокнистый асбестъ служитъ только для поддержанія собственно фильтрующаго слоя изъ мелкаго асбеста, то онъ можетъ быть замѣненъ или платиновымъ конусомъ, или особымъ шарикомъ, съ дырочками, изъ тугоплавкаго стекла. После того, какъ въ трубочку вложатъ или волокнистый асбестъ, или конусъ, или шарикъ, ее вставляютъ въ пробку толстостѣнной стаминки, соединенной съ насосомъ. Заставляя не сильно дѣйствовать насосъ, въ трубку вливаютъ черезъ вставленную въ нее на пробкѣ вороночку нѣкоторое количество приготовленнаго выше указаннымъ способомъ наскобленнаго асбеста, взболтавъ его въ стаканчикѣ съ водою. При отсасываніи асбестъ ложится слоемъ, подобнымъ фильтровальной бумагѣ. Онъ долженъ быть не слишкомъ рыхлъ и не слишкомъ плотенъ и такой толщины, чтобы осадокъ закиси мѣди имѣлъ вполнѣ задерживался, а фильтрованіе происходило быстро.

Когда фильтръ готовъ, приступаютъ къ самому опредѣленію. Для этого въ фарфоровую чашку вливаютъ 60 к. с. фелингопой жидкости и столько же воды, нагреваютъ до кипѣнія и приливаютъ изъ бюретки или пипетки 25 к. с. раствора глюкозы, содержащей не болѣе 1% послѣдней, и кипятятъ въ теченіе 2-хъ минутъ. Затѣмъ тотчасъ же фильтруютъ черезъ асбестовый фильтръ при слабomъ отсасываніи (рис. 45) насосомъ, заботясь о томъ, чтобы фильтръ все время былъ, хотя частью, наполненъ жидкостью. Не прерывая фильтрованія, смываютъ на фильтръ горячей (если осадокъ плотно пристаетъ къ чашкѣ, то при смываніи пользуются надѣтымъ на стеклянную палочку кусочкомъ каучука) водою осадокъ и промываютъ его горячей водою до тѣхъ поръ, пока фильтратъ не потеряетъ голубой окраски. Затѣмъ, выливъ горячій щелочной фильтратъ изъ толстостѣнной колбы, раза по два промываютъ фильтръ спиртомъ и эфиромъ для удаленія воды и облегченія высушенія. Высушивъ затѣмъ трубку съ осадкомъ въ сушильномъ шкафу при 110°, зажимаютъ ее нѣсколько наклонно, суженной частью книзу, въ станинѣ и, вытѣснивъ воздухъ водородомъ (минуть 10) и продолжая¹⁾ пропускать чистый, сухой водородъ, нагреваютъ маленькимъ пламенемъ,

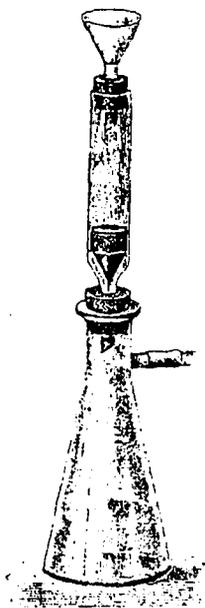


Рис. 45.

¹⁾ Трубочку соединяютъ съ приборомъ для водорода (обыкновенно—приборомъ Киппа) каучукомъ, вставивъ въ широкій конецъ ее пробку съ маленькой стеклянной трубочкой.

не касающимся трубки, то место, где находится асбестъ съ осадкомъ закиси мѣди, которая при этомъ возстановляется въ металлическую мѣдь.

Возстановленіе идетъ быстро и обнаруживается по переходу цвѣта осадка изъ малиноваго въ оранжево-красный

По окончаніи возстановленія трубочкѣ даютъ охладиться въ струѣ водорода и затѣмъ взвѣшиваютъ.

Затѣмъ мѣдь растворяютъ, профильтровывая черезъ трубочку горячую реактивную (у. в. 1.2) азотную кислоту, пользуясь при этомъ опять слабымъ отсасываніемъ. Когда азотная кислота будетъ проходить безцвѣтною, и мѣдь всея растворится, тогда, удаливъ изъ колбы азотную кислоту, промываютъ асбестовый фильтръ горячей водой, а затѣмъ по два раза спиртомъ и эфиромъ. Послѣ этого трубочку высушиваютъ въ сушильномъ шкафу при 110°C , и по охлажденіи взвѣшиваютъ. Разность двухъ взвѣшиваній даетъ количество металлической мѣди, а по таблицѣ Мейселя и Аллина находятъ соответствующее количество глюкозы, заключающейся въ 25 к. с. раствора, или по табл. Вейна—количество крахмала.

Послѣ анализа трубочка готова для слѣдующаго опредѣленія и можетъ употребляться до тѣхъ поръ, пока не начнетъ фильтровать медленно.

Въ виду того, что только что описанное вѣсовое опредѣленіе глюкозы требуетъ довольно продолжительнаго времени главнымъ образомъ влѣдствіе необходимости дважды взвѣшивать асбестовый фильтръ и возстановлять закись мѣди до металлической мѣди, Герцфельдъ предложилъ объемный способъ опредѣленія закиси мѣди, влѣдствіе чего самое опредѣленіе глюкозы сдѣлалось значительно болѣе быстрымъ. Способъ этотъ въ настоящее время принятъ въ очель многихъ сахарныхъ лабораторіяхъ. Отличается онъ отъ только что описаннаго, обычнаго, вѣсового способа тѣмъ, что кипяченіе раствора глюкозы съ фелинговой жидкостью ведется въ Эрленмейеровской колбѣ; колбу ставятъ на металлическую сѣтку, на которую положены асбестовый картонъ съ круговой вырѣзкой (діам. 60—65 мм.) по срединѣ. Смѣсь глюкозы съ фелинговой жидкостью быстро (въ 3—4 мин.) доводится до кипѣнія и кипятится ровно 2 минуты, послѣ чего колбу быстро снимаютъ съ огня, вливаютъ въ нее около 100 к. с. холодной воды и растворъ фильтруютъ черезъ приготовленный, какъ указано на стр. 145, асбестовый фильтръ, примѣняя слабое отсасываніе. Осадокъ, попавшій на фильтръ, и самую колбу, въ которой пронаводилось опредѣленіе, нѣсколько разъ обмываютъ водой, не заботясь о перенесеніи всего осадка на фильтръ, потому что послѣ промывки всю закись мѣди вмѣстѣ съ асбестомъ, ее задержавшимъ, обратно переносятъ въ Эрленмейеровскую колбу. (Перенесеніе асбеста изъ трубочки—фильтра въ колбу легко сдѣлать при помощи острымъ перочиннаго ножа или толстой платиновой проволоки). Послѣ того какъ асбестъ съ выдѣлившейся при опредѣ-

ленія закисью мѣди перенесенъ въ колбу, туда наливаютъ 20—25 куб. с. раствора желѣзо-амміачныхъ квасцовъ. Эту операцію лучше всего произвести черезъ ту стеклянную трубку, черезъ которую производилось фильтрованіе, потому что въ этомъ случаѣ она хорошо будетъ промыта и будетъ увѣренность, что на ея стѣнкахъ не осталось несмытой закиси мѣди. Затѣмъ содержимое колбы взбалтываютъ и титруютъ марганцево-кислымъ калиемъ ¹⁾ до слабо розовой окраски. Количество десятыхъ долей кубическаго сантиметра израсходованнаго раствора марганцевокислаго калия указанной концентраціи даетъ въ миллиграммахъ количество полученной мѣди.

Послѣ окончанія анализа асбестъ изъ Эрменейеровской колбы переводятъ въ прежнюю стеклянную трубочку, (въ которую предварительно вложенъ платиновый конусъ или стеклянный шарикъ съ дырочками), отсасываютъ жидкость, промываютъ асбестъ соляной кислотой и потомъ всдой до полного исчезновенія кислой реакціи и, такимъ образомъ, приготавливаютъ асбестовый фильтръ для новаго анализа.

1) Необходимые для опредѣленія глюкозы по Герцфельду растворы готовятъ такъ:

1) Кислый растворъ желѣзо-амміачныхъ квасцовъ.

Въ колбу, емкостью приблизительно 500 к. с., вливаютъ 250 к. с. холодной воды и при энергичномъ взбалтываніи насыщаютъ ее желѣзо-амміачными квасцами, предварительно истертыми въ порошокъ. Прибавленіе квасцовъ производится до тѣхъ поръ, пока на днѣ колбы, не смотря на взбалтываніе, остается еще осадокъ болѣе не растворяющагося квасцовъ. Растворъ фильтруютъ въ литровую колбу, прибавляютъ туда 25 к. с. кристичной сѣрной кислоты (уд. в. 1,84), охлаждаютъ и доводятъ водой до мѣтки.

2) Растворъ марганцевокислаго калия.

4,98 гр. $KMnO_4$ растворяютъ въ 1 литрѣ свѣжепроткипяченной воды. 0,1 к. с. такого раствора отвѣчаетъ 1 mgr. *Сн*. Титръ полученнаго раствора провѣряютъ обычнымъ способомъ по щавелевой кислотѣ. На 0,4965 гр. щавелевой кислоты раствора марганцевокислаго калия указанной концентраціи идетъ 50 к. с.

Таблица Менделя и Аллина для вычисления веса **глюкозы** при вѣсовомъ способѣ опредѣленія ея; количество металлической мѣди и соотвѣтствующее ему количество глюкозы въ миллиграммахъ.

Мѣдь миллигр.	Глюкоза миллигр.								
10	6,1	54	27,9	98	49,9	142	72,3	186	95,2
11	6,6	55	28,4	99	50,4	143	72,9	187	95,7
12	7,1	56	28,8	100	50,9	144	73,4	188	96,3
13	7,6	57	29,3	101	51,4	145	73,9	189	96,8
14	8,1	58	29,8	102	51,9	146	74,4	190	97,3
15	8,6	59	30,3	103	52,4	147	74,9	191	97,8
16	9,0	60	30,8	104	52,9	148	75,5	192	98,4
17	9,5	61	31,3	105	53,5	149	76,0	193	98,9
18	10,0	62	31,8	106	54,0	150	76,5	194	99,4
19	10,5	63	32,3	107	54,5	151	77,0	195	100,0
20	11,0	64	32,8	108	55,0	152	77,5	196	100,5
21	11,5	65	33,3	109	55,5	153	78,1	197	101,0
22	12,0	66	33,8	110	56,0	154	78,6	198	101,5
23	12,5	67	34,3	111	56,5	155	79,1	199	102,0
24	13,0	68	34,8	112	57,0	156	79,6	200	102,6
25	13,5	69	35,3	113	57,5	157	80,1	201	103,2
26	14,0	70	35,8	114	58,0	158	80,7	202	103,7
27	14,5	71	36,3	115	58,6	159	81,2	203	104,2
28	15,0	72	36,8	116	59,1	160	81,7	204	104,7
29	15,5	73	37,3	117	59,6	161	82,2	205	105,3
30	16,0	74	37,8	118	60,1	162	82,7	206	105,8
31	16,5	75	38,3	119	60,6	163	83,3	207	106,3
32	17,0	76	38,8	120	61,1	164	83,8	208	106,8
33	17,5	77	39,3	121	61,6	165	84,3	209	107,4
34	18,0	78	39,8	122	62,1	166	84,8	110	107,9
35	18,5	79	40,3	123	62,6	167	85,3	211	108,4
36	18,9	80	40,8	124	63,1	168	85,9	212	109,0
37	19,4	81	41,3	125	63,7	169	86,4	213	109,5
38	19,9	82	41,8	126	64,2	170	86,9	214	110,0
39	20,4	83	42,3	127	64,7	171	87,4	215	110,6
40	20,9	84	42,8	128	65,2	172	87,9	216	111,1
41	21,4	85	43,4	129	65,7	173	88,5	217	111,6
42	21,9	86	43,9	130	66,2	174	89,0	218	112,1
43	22,4	87	44,4	131	66,7	175	89,5	219	112,7
44	22,9	88	44,9	132	67,2	176	90,0	220	113,2
45	23,4	89	45,4	133	67,7	177	90,5	221	113,7
46	23,9	90	45,9	134	68,2	178	91,1	222	114,3
47	24,4	91	46,4	135	68,8	179	91,6	223	114,8
48	24,9	92	46,9	136	69,3	180	92,1	224	115,3
49	25,4	93	47,4	137	69,8	181	92,6	225	115,9
50	25,9	94	47,9	138	70,3	182	93,1	226	116,4
51	26,4	95	48,4	139	70,8	183	93,7	227	116,9
52	26,9	96	48,9	140	71,3	184	94,2	228	117,4
53	27,4	97	49,4	141	71,8	185	94,7	229	118,0

Мѣдь миллигр.	Глюкоза миллигр.								
230	118,5	239	123,4	248	128,1	257	133,0	266	137,8
231	119,0	240	123,9	249	128,7	258	133,5	267	138,4
232	119,6	241	124,4	250	129,2	259	134,1	268	138,9
233	120,1	242	125,0	251	129,7	260	134,6	269	139,5
234	120,7	243	125,5	252	130,3	261	135,1	270	140,0
235	121,2	244	126,0	253	130,8	262	135,7	271	140,6
236	121,7	245	126,6	254	131,4	263	136,2	272	141,1
237	122,3	246	127,1	255	131,9	264	136,8	273	141,7
238	122,8	247	127,6	256	132,4	265	137,3	274	142,2

Таблица Вейна для опредѣленія **декстрина** или **крахмала** въсовымъ путемъ; количества мѣди и декстрина или крахмала выражены въ миллиграммахъ.

Мѣдь миллигр.	Крахм. или декстринъ миллигр.								
10	5,5	35	16,7	60	27,7	85	39,1	110	50,4
11	5,9	36	17,0	61	28,2	86	39,5	111	50,9
12	6,4	37	17,5	62	28,6	87	40,0	112	51,3
13	6,8	38	17,9	63	29,1	88	40,4	113	51,8
14	7,3	39	18,4	64	29,5	89	40,9	114	52,2
15	7,7	40	18,8	65	30,0	90	41,3	115	52,7
16	8,1	41	19,3	66	30,4	91	41,8	116	53,2
17	8,6	42	19,7	67	30,9	92	42,2	117	53,6
18	9,0	43	20,2	68	31,3	93	42,6	118	54,1
19	9,0	44	20,6	69	31,8	94	43,1	119	54,5
20	9,9	45	21,1	70	32,2	95	43,6	120	55,0
21	10,4	46	21,5	71	32,7	96	44,0	121	55,4
22	10,8	47	22,0	72	33,1	97	44,5	122	55,9
23	11,3	48	22,4	73	33,6	98	44,9	123	56,3
24	11,7	49	22,9	74	34,0	99	45,4	124	56,8
25	12,2	50	23,3	75	34,5	100	45,8	125	57,3
26	12,6	51	23,8	76	34,9	101	46,3	126	57,8
27	13,1	52	24,2	77	35,4	102	46,7	127	58,2
28	13,5	53	24,7	78	35,8	103	47,2	128	58,7
29	14,0	54	25,1	79	36,2	104	47,6	129	59,1
30	14,4	55	25,5	80	36,7	105	48,1	130	59,6
31	14,9	56	25,9	81	37,2	106	48,6	131	60,0
32	15,3	57	26,4	82	37,6	107	49,1	132	60,5
33	15,8	58	26,8	83	38,1	108	49,5	133	60,9
34	16,2	59	27,3	84	38,6	109	50,0	134	61,4

Мѣль миллигр.	Крахм. или декстринъ миллигр.								
135	61,9	156	71,6	177	81,5	198	91,4	219	101,4
136	62,4	157	72,1	178	82,0	199	91,8	220	101,9
137	62,8	158	72,6	179	82,4	200	92,3	221	102,4
138	63,3	159	73,1	180	82,9	201	92,8	222	102,9
139	63,7	160	73,5	181	83,4	202	93,3	223	103,3
140	64,2	161	74,0	182	83,8	203	93,8	224	103,8
141	64,6	162	74,5	183	84,3	204	94,3	225	104,3
142	65,1	163	75,0	184	84,8	205	94,8	226	104,8
143	65,6	164	75,4	185	85,2	206	95,2	227	105,2
144	66,1	165	75,9	186	85,7	207	95,7	228	105,7
145	66,5	166	76,3	187	86,2	208	96,2	229	106,2
146	67,0	167	76,8	188	86,7	209	96,7	230	106,7
147	67,4	168	77,3	189	87,1	210	97,1	231	107,1
148	67,9	169	77,8	190	87,6	211	97,6	232	107,6
149	68,4	170	78,2	191	88,1	212	98,1	233	108,1
150	68,9	171	78,7	192	88,6	213	98,6	234	108,6
151	69,3	172	79,1	193	89,1	214	99,0	235	109,1
152	69,8	173	79,6	194	89,5	215	99,5	236	109,6
153	70,3	174	80,1	195	90,0	216	100,0	237	110,1
154	70,7	175	80,6	196	90,5	217	100,4	238	110,6
155	71,2	176	81,0	197	91,0	218	100,9	239	111,1

Опредѣленіе бѣлковыхъ веществъ.

Достоинство пшеницы въ качествѣ матеріала для добыванія крахмала, какъ указано выше, зависитъ не только отъ большаго или меньшаго содержанія въ ней крахмала, но также и отъ количества находящагося въ ней бѣлковыхъ веществъ. Вслѣдствіе этого опредѣленіе бѣлковыхъ веществъ производится постоянно при изслѣдованіи пшеницы.

Такъ какъ въ пшеницѣ среди другихъ азотистыхъ соединеній бѣлки занимаютъ первое мѣсто, то для опредѣленія въ ней бѣлковыхъ веществъ, достаточно найти содержаніе въ ней азота, и затѣмъ по нему вычислить количество бѣлковъ, умноживъ найденное количество азота на 6,25.

Опредѣленіе азота удобно и быстро производится по Кьольдалю. Около 1 грамма вещества обливаютъ въ длинноролой круглодонной колбочкѣ 10 к. с. чистой крѣпкой сѣрной кислоты, затѣмъ, для ускоренія реакціи, прибавляютъ 1—2 капли ртути и начинаютъ очень осторожно на маленькомъ огнѣ нагревать, положивъ колбу горлышкомъ кверху, наклонно. Такое осторожное нагреваніе продолжается до тѣхъ поръ, пока изъ колбы не пойдутъ обильныя бѣлые пары; тогда нагрева-

ние можно усилить и необходимо его продолжать до тѣхъ поръ, пока жидкость въ колбѣ не сдѣлается совершенно безцвѣтной, т. е. все органическое вещество будетъ окислено, а азотъ бѣлковъ перейдетъ въ сѣрно-кислый аммоній. По окончаніи окисленія содержимому колбы даютъ охладиться, разбавляютъ его осторожно водой, вновь охлаждають, и для отгонки амміака переливаютъ въ большую колбу ($\frac{3}{4}$ —1 литръ) черезъ большую воронку во избѣжаніе потери жидкости; колбу, въ которой производилось окисленіе, тщательно нѣсколько разъ ополаскиваютъ водой. Въ кислую жидкость для вытѣсненія амміака прибавляютъ избытокъ крѣпкаго раствора ѣдкаго натра ¹⁾ и щепотку цинковой пыли для разрушенія амиднаго соединенія ртути, образовавшагося при окисленіи и имѣющаго составъ $(HgNH_2)_2SO_4.aq$. Такъ какъ жидкость содержитъ много кислоты, то, во избѣжаніе сильнаго разогрѣванія при нейтрализаціи и могущаго быть выбрасыванія, нужно приливать щелочь въ жидкость, предварительно ох-

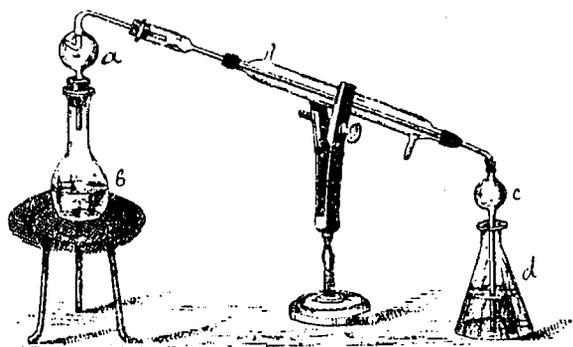


Рис. 46.



Рис. 47.

лажденную. Какъ скоро прибавлены щелочь и цинковая пыль, колбу быстро соединяютъ съ холодильникомъ (рис. 46), къ другому концу котораго подставляютъ пріемникъ съ точно отмѣреннымъ объемомъ титрованной сѣрной кислоты ($\frac{1}{10}$ норм.). Очень удобно въ качествѣ пріемника пользоваться конической колбой съ припадной къ ней около дна трубчочкой съ шарами (рис. 47); такую колбу присоединяютъ къ холодильнику при помощи каучуковой трубки, надѣтой на трубчочку а. Пары, идущіе изъ холодильника, въ такомъ случаѣ будутъ проходить черезъ слой титрованной сѣрной кислоты, вслѣдствіе чего амміакъ будетъ сполна задерживаться.

¹⁾ На одинъ объемъ сѣрной кислоты, взятой для окисленія, берется четверной объемъ ѣдкаго натра, содержащаго 480 гр. твердаго $NaOH$ въ 1 литрѣ воды. Раствореніе производятъ въ желѣзномъ или мѣдномъ котлѣ; послѣ растворенія жидкость нужно хорошо прокипятить для уничтоженія могущихъ оказаться въ ѣдкомъ натрѣ случайныхъ примѣсей амміачныхъ солей.

Для предохраненія отъ переноса щелочной жидкости въ холодильникъ и пріемникъ выдѣляющимся водородомъ, между перегонной колбой и холодильникомъ помѣщается предохранительный приборчикъ (а) въ видѣ шара. По отгонкѣ амміака количество оставшейся въ пріемникѣ сѣрной кислоты (не насыщенной амміакомъ) узнается по количеству бѣдкаго барита, которое нужно прилить для насыщенья остатка кислоты. Въ качествѣ индикатора при этомъ титрованіи употребляютъ розоловую кислоту (1 ч. на 500 ч. 80% спирта); едва замѣтная желтая ея окраска въ кисломъ растворѣ быстро переходитъ въ розовую при избыткѣ барита.

Зная количество кислоты, налитой въ пріемникъ, и, по обратному титрованію, количество неиспользованной кислоты, по ея титру вычисляютъ количество выдѣлившагося амміака; отсюда находятъ процентное содержаніе азота въ изслѣдуемомъ веществѣ и, умноживъ его на 6,25, узнаютъ количество бѣлковыхъ веществъ.

Химическій составъ клубней картофеля различенъ въ зависимости отъ климата, почвы, удобрения и т. д. Хорошимъ матеріаломъ для крахмального производства считается картофель, имѣющій: воды около 75%, бѣлковыхъ веществъ около 2%, крахмала около 21%. Кроме того, въ немъ должно быть, по возможности, небольшое количество зеренъ діаметромъ меньше 12,5 μ , потому что такія зерна теряются въ производствѣ. Что-же касается пшеницы, то чѣмъ она мучнистѣе и свѣтлѣе, тѣмъ она, для полученія изъ нея крахмала, лучше.

Винный спиртъ, водка.

Винный спиртъ получается путемъ броженія изъ сахаристыхъ веществъ или изъ крахмалистыхъ, послѣ переведенія ихъ въ сахаристыя; при этомъ, кроме виннаго спирта, получается еще цѣлый рядъ побочныхъ продуктовъ: высшихъ спиртовъ, альдегидовъ, ацеталей, кислотъ и т. д. Когда броженіе закончилось, полученную зрѣлую бражку подвергаютъ перегонкѣ для выдѣленія изъ нея спирта, вмѣстѣ съ которымъ переходятъ въ дистиллатъ всѣ летучіе побочные продукты. Такой дистиллатъ носитъ названіе сырого спирта. Если этотъ сырой спиртъ подвергнуть фракціонированной перегонкѣ, то изъ него можно выдѣлить чистый винный спиртъ, а примѣси, кипящія ниже этиловаго спирта, соберутся въ началѣ сгонки и дадутъ головной продуктъ—эфиръ; кипящія же выше спирта, будутъ перегоняться въ концѣ и дадутъ хвостовой продуктъ—„сивушные масла“. Въ виду того, что полное отдѣленіе этихъ постороннихъ продуктовъ броженія отъ виннаго спирта представляетъ большія трудности, а сами эти

постороннія вещества далеко не безразличны ¹⁾ для человеческого организма, изслѣдованіе виннаго спирта, особенно идущаго для внутренняго употребленія, имѣетъ большое значеніе.

При изслѣдованіи спирта обыкновенно опредѣляютъ: вкусъ и запахъ, крѣпость, содержаніе фурфурола, количество альдегида, сивушные масла, общую кислотность и количество эфировъ. Къ этимъ опредѣленіямъ прибавляется часто опредѣленіе скорости обезцвѣчиванія хамелеона и испытаніе сѣрной кислотой.

Дегустация.

Дегустацией называется опредѣленіе достоинства спиртовъ на основаніи ихъ вкуса и запаха. Хотя такой методъ изслѣдованія не можетъ считаться во всѣхъ случаяхъ безошибочнымъ, тѣмъ не менѣе онъ можетъ служить хорошимъ подспорьемъ при опредѣленіи достоинства спирта.

При опредѣленіи вкуса и запаха спирты обыкновенно разбавляютъ до 30° Траллеса водой, лучше всего обыкновенной ключевой и тотчасъ же изслѣдуютъ.

При дегустации сырыхъ спиртовъ отмѣчаютъ ихъ словомъ „нормальный“ или „ненормальный“. Если же изслѣдуется спиртъ ректифицированный, то достоинство его отмѣчается балломъ.

Если вкусъ и запахъ спирта отличные	балъ 5
„ „ „ „ хорошие	„ 4
„ „ „ „ удовлетворительные	„ 3
„ „ „ „ неудовлетворительные	„ 2
„ „ „ „ весьма неудовлетворительны. „	1

¹⁾ По Іейгу смертельная доза нѣкоторыхъ изъ этихъ веществъ, на 1 килограммъ вѣса животнаго, составляетъ:

фурфуролъ	0,14—0,24 гр.
амиловый спиртъ	0,63
альдегидъ уксусный	1,14
изобутиловый спиртъ	1,45
пропиловый спиртъ	3,4
чистый винный спиртъ	11,7

Если принять ядовитость виннаго спирта за единицу, то ядовитость другихъ веществъ будетъ:

пропилового спирта	3,5
изобутилового спирта	8,0
уксуснаго альдегида	10,0
амилового спирта	10,0
фурфурола	83,0

Определение крепости.

При определении крепости спирта пользуются металлическимъ спиртомѣромъ съ девятью гирьками. Крепость выражается въ градусахъ по объему, и определение производится при $12\frac{4}{9}^{\circ}R$. Можно пользоваться и стекляннымъ спиртомѣромъ Траллеса, причемъ определения относятся къ $12\frac{1}{2}^{\circ}R$.

Определение фурфурола.

Количество фурфурола (альдегида пироксилиновой кислоты, его формула



$CH = C \begin{matrix} > \\ & O \\ & H \end{matrix}$ въ сырыхъ спиртахъ бываетъ въ среднемъ около 0,01 гр.

на литръ. Фурфуроль характеризуется способностью давать красное окрашивание съ растворомъ соляно-кислаго анилина въ соляной кислотѣ. Интенсивность окрашивания наступаетъ черезъ 10 минутъ послѣ смѣшиванія растворовъ и зависитъ отъ количества присутствующаго фурфурола. Количественное определение фурфурола производится сравненіемъ окрашиванія, которое даетъ изслѣдуемый спиртъ, съ окрашиваніемъ зарабѣ приготовленныхъ типичныхъ образцовъ спирта, содержащихъ точно определенное количество фурфурола.

Типичные растворы готовятся такъ. Отвѣшиваютъ въ маленькой пробиркѣ около 0,5—1 гр. свѣже перегнаннаго фурфурола. Раздѣливъ величину навѣски на уд. в. фурфурола, 1,165, узнаютъ объемъ навѣски, и затѣмъ растворяютъ отвѣшенный фурфуроль въ такомъ количествѣ несодержашаго фурфурола 95° спирта, чтобы получился растворъ съ содержаніемъ фурфурола 10 к. с. на литръ. Напримѣръ, объемъ взятой навѣски a к. с., тогда спирта нужно взять по пропорціи $X:1000 = a:10$ откуда,

$$X = \frac{1000 \times a}{10}$$

гдѣ X —искомый объемъ приготовляемаго раствора. Такимъ образомъ, къ a куб. с. фурфурола слѣдуетъ прибавить $X—a$ спирта. Изъ этого основного раствора соответственнымъ разбавленіемъ приготовляютъ растворы, содержащіе 0,001, 0,003, 0,005, 0,007, 0,009, 0,01, 0,025, 0,05 и 0,1 к. с. фурфурола въ литрѣ.

При приготовленіи типичныхъ растворовъ отвѣриваніе жидкостей слѣдуетъ производить при 15° .

Самое определение производится такъ. Въ нѣсколько пробирокъ помѣщаютъ въ каждую по 10 капель свѣжеперегнаннаго анилина и по 3 капли крепкой соляной кислоты, уд. в. 1,19. Потомъ въ одну наливаютъ

10 к. с. испытуемого спирта, а въ другія по 10 к. с. типичныхъ растворовъ. Закрывъ пробирки пробками, тщательно перебалтываютъ ихъ содержимое, и оставляютъ въ покоѣ въ теченіе 10 минутъ. Черезъ 10 минутъ сравниваютъ окраску испытуемого спирта, съ окраской типичныхъ растворовъ. Удобнѣе это сравненіе производить, помѣстивъ сзади пробирокъ листъ бѣлой бумаги. Если окраска испытуемого спирта въ точности подходитъ къ окраскѣ какого-либо типичнаго раствора, то, значитъ, содержаніе фурфурола въ этихъ растворахъ одно и то же. Если же окраска является средней между какими-либо двумя типами, то и содержаніе фурфурола въ анализируемомъ спиртѣ также среднее между содержаніемъ фурфурола въ этихъ двухъ типахъ.

Если изслѣдуемый спиртъ окрашенъ, то его предварительно слѣдуетъ перегнать. Для этого 100 к. с. спирта перегоняютъ до конца въ мѣрную колбу въ 100 к. с. и затѣмъ добавляютъ водою до черты, и изслѣдуютъ дестиллятъ на содержаніе въ немъ фурфурола, какъ указано выше.

Опредѣленіе альдегидовъ.

Почти всегда въ спиртахъ бываетъ большее или меньшее количество альдегидовъ, среди которыхъ первое мѣсто принадлежитъ уксусному альдегиду. $CH_3.C \leq \frac{O}{H}$. Количественное опредѣленіе производится обыкновенно подобно тому, какъ это описано при фурфуролѣ, т. е. колориметрически. Оно основано на томъ, что спиртъ, содержащій альдегидъ, даетъ интенсивное красное окрашиваніе съ реактивомъ Молера. Сравнивая окрашиваніе изслѣдуемого спирта съ окрашиваніемъ, полученнымъ при тѣхъ же условіяхъ съ типичными растворами (т. е. растворами, содержащими, точно опредѣленное количество альдегида), находятъ количество альдегида въ анализируемомъ матеріалѣ.

Приготовленіе типичныхъ растворовъ производится такъ же, какъ это описано при фурфуролѣ. Отвѣшенное количество (около 2,5 гр.) свѣжеперегнаннаго альдегида (т. к. 20,8°—21°С) растворяютъ въ 50° спиртъ съ такимъ расчетомъ, чтобы основной растворъ содержалъ 1% по объему альдегида, при этомъ принимается во вниманіе уд. вѣсъ альдегида—0,7880 при 15°С. Послѣдующимъ разбавленіемъ основного раствора готовятъ типы съ содержаніемъ 0,001, 0,003, 0,005, 0,007, 0,009, 0,01 и 0,25% по объему альдегида.

Спиртъ, служащій для приготовленія этихъ растворовъ, не долженъ содержать ни малѣйшихъ слѣдовъ альдегида и готовится такъ (по Молеру). Кипятятъ на водяной банѣ въ колбѣ съ обратнымъ холодильникомъ 1000 к. с. абсолютнаго спирта съ 10 к. с. анилина и 10 к. с.

фосфорной кислоты, уд. в. 1,453, въ теченіе часа, затѣмъ отгоняютъ спиртъ съ дефлегматоромъ, отбрасывая первую, 300 к. с., и послѣднюю, 300 к. с., фракцію. Перегонку слѣдуетъ вести по возможности медленнѣе.

Ислѣдуемый спиртъ для опредѣленія содержанія въ немъ альдегида разбавляютъ дистиллированной водой по таблицамъ Брикса (см. прилож.) до 50%, и къ 18 к. с. такого спирта прибавляютъ 4 к. с. раствора Молера. Послѣ перебалтыванія сравниваютъ черезъ 20 минутъ окраску испытуемаго спирта съ окраской типичныхъ растворовъ (Подробности см. при фурфуролѣ).

Сивушные масла.

Сивушными маслами называются высшіе спирты, которые получаютъ въ качествѣ побочныхъ продуктовъ при броженіи. Въ составъ сивушныхъ маселъ входятъ главнымъ образомъ изоамиловый, изобутиловый и нормальный пропиловый спирты. Такъ какъ количество изоамиловаго спирта въ сивушныхъ маслахъ доходитъ до 80%, то обыкновенно на него и перечисляются результаты анализа.

Качественной реакціей на сивушныя масла служитъ проба съ салициловымъ альдегидомъ, которая, по инструкціи, изданной центральной химической лабораторіей Министерства Финансовъ, производится такъ. Къ 10 к. с. анализируемаго спирта прибавляютъ 25—30 капель 1% спиртоваго раствора салициловаго альдегида и, тщательно перемѣшавъ, приливаютъ по стѣнкѣ колбочки 20 к. с. кристичкой сѣрной кислоты, уд. в. 1,84. Вновь перебалтываютъ и, давъ охладиться, наблюдаютъ окраску. Если смѣсь окрасилась въ канареечно-желтый цвѣтъ, то сивушнаго масла нѣтъ, въ случаѣ же его присутствія появляется красноватый оттѣнокъ, особенно ясно замѣтный въ отраженномъ свѣтѣ.

Количественное опредѣленіе сивушнаго масла въ сырыхъ спиртахъ производится по способу проф. Кучерова (способъ принятъ въ Россіи къ официальному употребленію), а въ ректификованномъ спиртѣ — по способу Рёзе.

Способъ Рёзе.

Способъ этотъ основанъ на томъ, что высшіе спирты легко растворяются въ хлороформѣ, — увеличивается его объемъ, въ то время, какъ выпивной спиртъ растворяется въ немъ только въ ничтожныхъ количествахъ.

При опредѣленіи сивушныхъ маселъ по способу Рёзе пользуются или аппаратомъ Виндлина, если ислѣдуемаго спирта мало (100—150 к. с.), или Штутцера и Райтмайра, если спирта не менѣе 250 к. с. Аппаратъ Виндлина изображенъ на рисункѣ 48. Нижняя часть, вмѣщающая точно

20 к. с., соединена съ верхней грушевидной частью при помощи трубки, раздѣленной на 0,02 к. с., Аппаратъ Штутцера — Райтмайра отличается отъ аппарата Виндиша только тѣмъ, что нижняя часть его имѣетъ объемъ 50 к. с., а трубка, соединяющая ее съ верхнимъ сосудомъ, раздѣлена 0,05 к. с.

При опредѣленіи сивушныхъ маселъ по способу Рёзе точные результаты получаются только въ томъ случаѣ, если строго соблюдаютъ все нижеуказанныя условія. Прежде всего необходимо озаботиться о томъ, чтобы аппараты были идеально чисты. Поэтому передъ каждымъ опредѣленіемъ ихъ наполняютъ хромовой смѣсью, помещаютъ въ вертикальномъ положеніи въ водяную баню, которую нагреваютъ до кипѣнія въ теченіе часа. Затѣмъ, вынувъ аппаратъ изъ бани, даютъ ему охладиться, опорожняютъ и, тщательно промывъ дистиллированной водой и чистымъ спиртомъ, высушиваютъ, вдувая въ него воздухъ, для очищенія отъ пыли пронуженный черезъ трубку, наполненную ватой.

Когда приборъ вычищенъ, приступаютъ къ опредѣленію базисной высоты, т. е. того уровня, до котораго поднимается хлороформъ (20 к. с. хлороформа для прибора Виндиша и 50 к. с. для Штутцера—Райтмайра) при взбалтываніи его со спиртомъ, не содержащимъ сивушныхъ маселъ. Эта базисная высота различна для разныхъ сортовъ хлороформа, и ее всякій разъ, какъ пускаютъ въ анализъ новый хлороформъ, необходимо вновь опредѣлять. Для установки ее необходимъ спиртъ, не содержащій сивушнаго масла, кромѣ того, и хлороформъ, если онъ измѣняетъ красный цвѣтъ марганцевокислаго калия въ зеленый, необходимо очищать.

Очищеніе хлороформа производятъ взбалтываніемъ его съ двойнымъ по объему количествомъ чистой сѣрной кислоты. Отдѣленный отъ сѣрной кислоты, хлороформъ высушивается сухимъ поташемъ и перегоняется.

Для приготовления базиснаго спирта хорошій ректификованный спиртъ перегоняютъ съ большимъ дефлегматоромъ, предварительно прибавивъ къ перегоняемому спирту нѣсколько капель крѣпкаго раствора ѣдкой щелочи, и собираютъ 3 фракціи: 1 фракція (голова) 20% всего спирта, 2-ая (сѣрдце) 20% и 3-ья (хвостъ) 60% всего взятаго въ перегонку спирта. Голову и хвостъ отбрасываютъ, а сѣрдце вновь разбиваютъ на такія же фракціи и для установки базиса употребляютъ только среднюю.

Этотъ спиртъ для установки по немъ базиса, какъ и всякій другой, въ которомъ желаютъ опредѣлить количество сивушныхъ маселъ по Рёзе,



Рис. 48.

долженъ быть доведенъ до 24,7% по вѣсу или 30% по объему при 15° С.). Разбавленіе спирта производится по таблицѣ (см. ниже) на основаніи его удѣльнаго вѣса, который опредѣляется пикнометромъ при 15° С. Вода, употребляемая для разбавленія спирта, должна имѣть ту-же температуру, т. е. 15° С. Самое разбавленіе удобно производить не сразу, а сначала прибавляютъ воды меньше, чѣмъ вычислено по таблицамъ, опредѣляютъ удѣльный вѣсъ разбавленнаго такимъ образомъ спирта, вновь по таблицамъ находятъ количество воды, которое еще необходимо прибавить, и, разбавивъ спиртъ окончательно, вновь проверяютъ его удѣльный вѣсъ.

Таблица для разбавленія спирта до 24,7% вѣсовыхъ
30% объемныхъ.

На каждыя 100 к. с. спир- та крѣпостью въ вѣсовыхъ %.	Слѣдуетъ прибавить воды к. с.	На каждыя 100 к. с. спир- та крѣпостью въ вѣсовыхъ %.	Слѣдуетъ прибавить воды к. с.	На каждыя 100 к. с. спир- та крѣпостью въ вѣсовыхъ %.	Слѣдуетъ прибавить воды к. с.
24,7	0,0	49	90,8	74	172,5
25	1,3	50	94,3	75	175,5
26	3,2	51	97,8	76	178,5
27	9,1	52	101,2	77	181,5
28	12,9	53	104,7	78	184,4
29	16,8	54	108,1	79	187,3
30	20,7	55	111,5	80	190,2
31	24,5	56	114,9	81	193,1
32	28,3	57	118,3	82	196,0
33	32,1	58	121,6	83	198,8
34	35,9	59	124,9	84	201,6
35	39,7	60	128,3	85	204,4
36	43,5	61	131,5	86	207,1
37	47,2	62	134,8	87	209,9
38	51,0	63	138,1	88	212,6
39	54,7	64	141,3	89	215,2
40	58,4	65	144,5	90	217,9
41	62,0	66	147,7	91	220,5
42	65,7	67	150,9	92	223,1
43	69,3	68	154,0	93	225,6
44	72,9	69	157,2	94	228,1
45	76,5	70	160,3	95	230,6
46	80,1	71	163,4	96	233,1
47	83,7	72	166,4	97	235,5
48	87,2	73	169,5	98	237,8

) Содержаніе спирта по удѣльному вѣсу опредѣляется по таблицѣ, помѣщенной въ приложеніи.

Установка базисной высоты производится слѣд. образомъ. Въ высокій стаканъ, служащій ванной, наполненный водой 15°C , вертикально помѣщаютъ приборъ Виндиша (или Штутцера-Райтмайра) и вливаютъ въ него при помощи дѣлительной воронки съ оттянутымъ длиннымъ концомъ такое количество хлороформа (15°C), чтобы уровень его стоялъ нѣсколько выше черты. Затѣмъ аппаратъ закрывается пробкой и оставляется въ покоѣ 20 минутъ для того, чтобы температура хлороформа сравнялась съ температурой ванны, которую во все время опредѣленія поддерживаютъ на одной высотѣ (15°C). Затѣмъ избытокъ хлороформа отбираютъ пипеткой точно до черты. Если на стѣнкахъ трубочки аппарата остаются капли хлороформа, то ихъ легко можно удалить, ддувая внутрь аппарата очищенный отъ пыли воздухъ. Затѣмъ въ аппаратъ вливаютъ базисный спиртъ (точно 100 к. с. при 15° для аппарата Виндиша и 250 к. с. для аппар. Штутцера-Райтмайра), прибавляютъ сѣрной кислот., уд. в. 1,286, (1 к. с. для ан. Виндиша и 2,5 для Шт.-Райт.) и, закрывъ его плотно пробкой, вынимаютъ изъ ванны, переворачиваютъ грушевидной частью внизъ и сильно взбалтываютъ содержимое 150 разъ. Послѣ этого аппаратъ помѣщаютъ въ ванну, какъ и раньше. Вскорѣ хлороформъ большей частью собирается въ нижней части аппарата, но мелкія капли его могутъ пристать къ стѣнкамъ. Для того, чтобы и ихъ присоединить къ нижнему слою, полезно бываетъ вращать аппаратъ вокругъ его продольной оси и осторожно постукивать имъ объ дно ванны. Черезъ часъ послѣ взбалтыванія производятъ отсчетъ. Та высота, на которой теперь будетъ стоять хлороформъ, будетъ базисной высотой.

При анализѣ спиртовъ, содержащихъ сивушные масла, поступаютъ точно такъ же; при этомъ, такъ какъ объемъ хлороформа увеличивается отъ растворенія сивушныхъ маселъ, то и уровень хлороформенного слоя будетъ находиться выше сравнительно съ базисной высотой.

Положимъ, что базисная высота для аппарата Виндиша была 21,88 к. с., а потомъ при анализѣ сырого спирта мы получили 22,09. По разности этихъ двухъ чиселъ ($22,09 - 21,88 = 0,21$) можно опредѣлить количество сивушныхъ маселъ, пользуясь правиломъ, что каждый 0,01 к. с. абсолютнаго повышенія хлороформенного слоя въ аппаратѣ Виндиша соотвѣтствуетъ $0,006\%$ по объему амиловаго спирта. Можно пользоваться для этого также таблицей. Для аппарата Штутцера-Райтмайра каждыи 0,01 к. с. поднятія хлороформеннаго слоя отвѣчаетъ $0,0028\%$ сивушнаго масла ¹⁾.

¹⁾ Такъ какъ въ аппаратѣ Виндиша поднятіе хлороформеннаго слоя на 0,01 к. с. отвѣчаетъ содержанію сивушныхъ маселъ въ $0,006\%$, а въ аппаратѣ Штутцера-Райтмайра то же поднятіе наблюдается для $0,0028\%$ сивушныхъ маселъ, то опредѣленія во второмъ приборѣ точнѣе.

Такъ какъ вычисляемое такимъ образомъ содержаніе сивушныхъ маселъ относится къ спирту, нами разбавленному, то путемъ простыхъ вычисленій можно найти содержаніе сивушнаго масла и для спирта неразбавленнаго.

Въ виду того, что содержаніе сивушныхъ маселъ въ нѣкоторыхъ ректификованныхъ спиртахъ бываетъ очень мало (0,001%), то Штутцгеръ—Райтмайръ въ такихъ случаяхъ рекомендуетъ слѣдующій методъ, дающій возможность сконцентрировать сивушныя масла въ опредѣленной порціи.

Къ литру (15°) изслѣдуемаго спирта прибавляютъ 100 гр. чистаго прокаленнаго поташа и, закрывъ пробкой, оставляютъ стоять нѣсколько часовъ, при этомъ альдегиды полимеризуются, эфиры частью омыляются. Затѣмъ спиртъ отгоняютъ съ дефлегматоромъ изъ соляной бани. Перегонку ведутъ съ такою скоростью, чтобы она продолжалась не меньше часа. Дистиллятъ же разбиваютъ на слѣдующія фракціи: первые 700 к. с. отбрасываютъ, а каждыя слѣдующіе 100 к. с. собираютъ отдѣльно въ мѣрные колбочки; послѣдніе 100 к. с. собираютъ въ колбу, емкостью въ 250 к. с. Когда спиртъ перестанетъ гнаться, то въ колбу съ поташемъ приливаютъ 250 к. с. воды и продолжаютъ перегонку ¹⁾ (не изъ соляной бани, а на песчаной), собирая дистиллятъ въ тотъ же послѣдній приемникъ, до тѣхъ поръ, пока отгона не наберется до черты. Изъ этой послѣдней фракціи соберется все то сивушное масло, которое было въ литрѣ изслѣдуемаго спирта. Охладивъ этотъ порогъ до 15°C и добавивъ водой до черты, опредѣляютъ его удѣльный вѣсъ, разбавляютъ водой до 24,7⁰ по вѣсу и въ немъ опредѣляютъ содержаніе сивушныхъ маселъ. Затѣмъ, при помощи простыхъ вычисленій, находятъ количество сивушныхъ маселъ въ изслѣдуемомъ спиртѣ.

Опредѣленіе сивушныхъ маселъ въ сырыхъ спиртахъ по способу проф. Кучерова.

Этотъ способъ, примѣнимый при анализѣ сырыхъ спиртовъ, основанъ на извлеченіи сивушнаго масла амиловымъ алкоголемъ въ присутствіи насыщенный раствора поваренной соли. Образующійся при этомъ слой раствора сивушнаго масла въ амиловомъ спиртѣ измѣряется, и, затѣмъ, по особымъ таблицамъ вычисляется количество сивушнаго масла въ изслѣдуемомъ спиртѣ.

При опредѣленіи сивушныхъ маселъ по способу Кучерова необходимо имѣть: 1) амиловый спиртъ, подкрашенный въ малиновый цвѣтъ фуксипомъ, и 2) насыщенный растворъ поваренной соли. Послѣдній

¹⁾ Дефлегматоръ при этомъ замѣняется согнутой трубкой.

растворъ долженъ быть идеально прозрачнымъ, для чего его слѣдуетъ тщательно профильтровать и сохранять отъ пыли въ плотно закрытыхъ стеклянкахъ.

Таблица для опредѣленія содержанія сивушнаго масла

Абсолютное вы- шеніе хлорофор- меннаго слоя въ куб. сант.	Содержаніе си- вухнаго масла въ % по объему.	Абсолютное вы- шеніе хлорофор- меннаго слоя въ куб. сант.	Содержаніе си- вухнаго масла въ % по объему.	Абсолютное вы- шеніе хлорофор- меннаго слоя въ куб. сант.	Содержаніе си- вухнаго масла въ % по объему.
0	0	0,22	0,1459	0,44	0,2918
0,01	0,0066	0,23	0,1525	0,45	0,2984
0,02	0,0033	0,24	0,15914	0,46	0,3050
0,03	0,0199	0,25	0,1658	0,47	0,3117
0,04	0,0265	0,26	0,1724	0,48	0,3183
0,05	0,0332	0,27	0,17904	0,49	0,3249
0,06	0,0398	0,28	0,1857	0,50	0,3316
0,07	0,0464	0,29	0,1923	0,51	0,3382
0,08	0,05305	0,30	0,1989	0,52	0,3448
0,09	0,0597	0,31	0,20554	0,53	0,35144
0,10	0,0663	0,32	0,2122	0,54	0,3581
0,11	0,07294	0,33	0,2188	0,55	0,3647
0,12	0,0796	0,34	0,2255	0,56	0,37134
0,13	0,0862	0,35	0,2321	0,57	0,3780
0,14	0,0928	0,36	0,2387	0,58	0,3846
0,15	0,0995	0,37	0,24535	0,59	0,3912
0,16	0,1061	0,38	0,2520	0,60	0,3979
0,17	0,1127	0,39	0,2586	0,61	0,4045
0,18	0,1194	0,40	0,26524	0,62	0,4111
0,19	0,1260	0,41	0,2719	0,63	0,4178
0,20	0,1326	0,42	0,2785	0,64	0,4244
0,21	0,1393	0,43	0,2851	0,65	0,4310

Определение сивушныхъ маселъ въ сырыхъ спиртахъ по способу проф. Кучерова.

Этотъ способъ, применимый при анализѣ сырыхъ спиртовъ, основанъ на извлеченіи сивушнаго масла амиловымъ алкоголемъ въ присутствіи насыщеннаго раствора поваренной соли. Образующійся при этомъ слой раствора сивушнаго масла въ амиловомъ спиртѣ замѣряется, и, затѣмъ, по особымъ таблицамъ вычисляется количество сивушнаго масла въ изслѣдуемомъ спиртѣ.

При опредѣленіи сивушныхъ маселъ по способу Кучерова необходимо имѣть: 1) амиловый спиртъ, подкрашенный въ малиновый цвѣтъ фуксиномъ, и 2) насыщенный растворъ поваренной соли. Последний растворъ долженъ быть идеально прозрачнымъ, для чего его слѣдуетъ тщательно профильтровать и сохранять отъ пыли въ плотно закрытыхъ стеклянкахъ.

Аппаратъ проф. Кучерова представляетъ изъ себя конусообразный сосудъ *B* (рисун. 49), съ тонкой трубкой, раздѣленной на 0,025 куб. сантиметра. Этотъ аппаратъ, подобно аппарату Виндлина, долженъ быть установленъ, т. е. должно быть опредѣлено, на сколько куб. сантиметровъ увеличивается объемъ вещества, извлекающаго сивушное масло (въ данномъ случаѣ амиловаго спирта) при разбалтываніи его съ чистымъ спиртомъ. Всякій разъ, какъ пускается въ работу новый амиловый спиртъ или новый растворъ соли, аппаратъ необходимо вновь устанавливать. Спиртовая жидкость, подвергаемая изслѣдованію, должна быть крѣпостью въ 60°. Траллеса, для чего въ большинствѣ случаевъ ее приходится разбаллать водой; при этомъ пользуются таблицей, приведенной на стр. 163.

Установка прибора производится такъ. Въ мѣрную колбочку въ 50 к. с. наливаютъ шпателью точно 2 к. с. амиловаго спирта, подкрашеннаго фуксиномъ, доливаютъ до черты чистымъ ректификованнымъ спиртомъ въ 60° по Траллесу, и тщательно перемѣшиваютъ. Эту смѣсь наливаютъ въ бюретку *C*, (рис. 50),

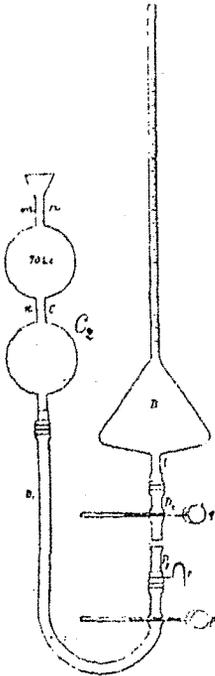


Рис. 49.

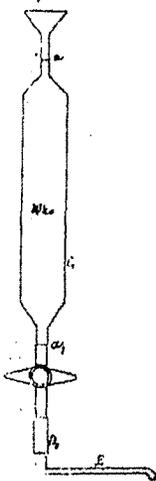


Рис. 50.

тщательно перемѣшиваютъ. Эту смѣсь наливаютъ въ бюретку *C*, (рис. 50),

Таблица для приведения спиртовъ высшихъ крѣностей къ
60—процентной крѣности.

Крѣность дан- наго спирта въ ‰.	Сколько объ- емовъ воды требуется на 100 объем. спирта.	Крѣность дан- наго спирта въ ‰.	Сколько объ- емовъ воды требуется на 100 объем. спирта.	Крѣность дан- наго спирта въ ‰.	Сколько объ- емовъ воды требуется на 100 объем. спирта.	Крѣность дан- наго спирта въ ‰.	Сколько объ- емовъ воды требуется на 100 объем. спирта.
60,0	0,0	69,5	16,7	79,0	33,6	88,5	50,8
60,5	0,9	70,0	17,6	79,5	34,6	89,0	51,8
61,0	1,8	70,5	18,5	80,0	35,4	89,5	52,7
61,5	2,6	71,0	19,4	80,5	36,3	90,0	53,6
62,0	3,5	71,5	20,2	81,0	37,2	90,5	54,6
62,5	4,4	72,0	21,1	81,5	38,1	91,0	55,5
63,0	5,2	72,5	22,0	82,0	39,0	91,5	56,4
63,5	6,1	73,0	22,9	82,5	39,9	92,0	57,3
64,0	7,0	73,5	23,8	83,0	40,8	92,5	58,3
64,5	7,9	74,0	24,6	83,5	41,7	93,0	59,2
65,0	8,8	74,5	25,5	84,0	42,7	93,5	60,2
65,5	9,6	75,0	26,5	84,5	43,6	94,0	61,1
66,0	10,5	75,5	27,4	85,0	44,5	94,5	62,0
66,5	11,4	76,0	28,3	85,5	45,4	95,0	63,0
67,0	12,3	76,5	29,2	86,0	46,3	95,5	63,9
67,5	13,1	77,0	30,0	86,5	47,2	96,0	64,9
68,0	14,0	77,5	30,9	87,0	48,1	96,5	65,8
68,5	14,9	78,0	31,8	87,5	49,0	97,0	66,8
69,0	15,8	78,5	32,7	88,0	49,9	97,5	67,8

имбционную между верхней-а и нижней-а мѣткой объемомъ, равный 20 к. с., и при помощи трубочки-е, согнутой крючкомъ и соединенной съ бюреткой С, переливають черезъ тубусъ *t* сосуда В точно 20 к. с. въ сосудъ В, помѣщенный горизонтально на крючки К. К. (рис. 51). Затѣмъ на тубусъ надѣваютъ каучуковую трубку *D*₂ съ зажимомъ, а самый сосудъ В ставятъ вертикально, какъ показано на рис. 49. Послѣ этого, наполняютъ бюретку *C*₂ растворомъ соли. Наполненіе должно быть произведено такъ, чтобы не только шары бюретки до черты *m* были заполнены раство-

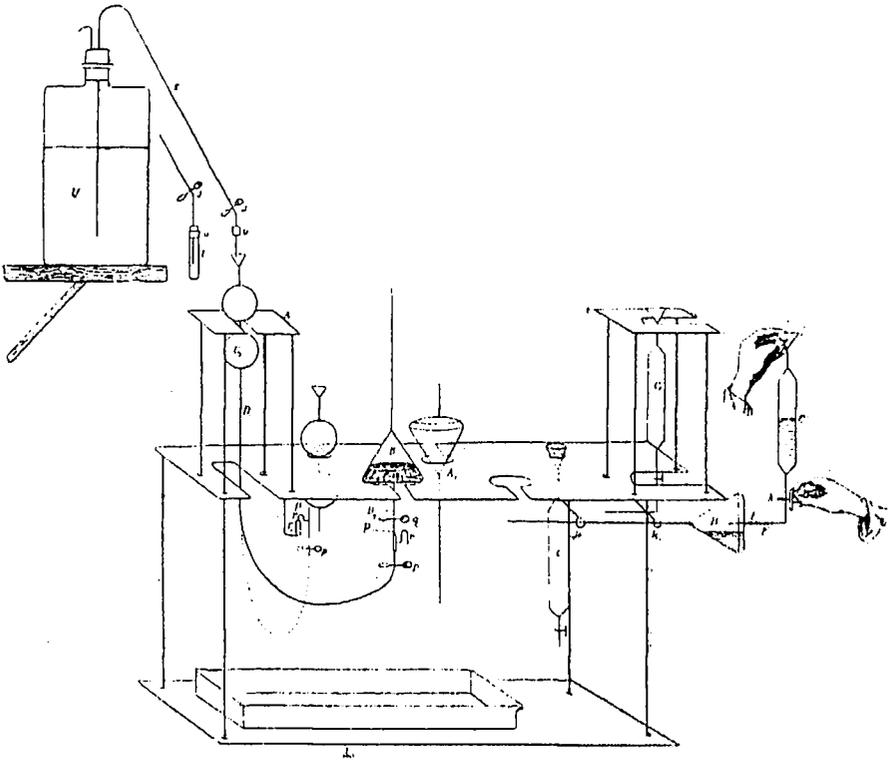


Рис. 51.

ромъ, но также и длинный каучукъ *D*₁, снабженный зажимомъ *p*, и стеклянный наконечникъ *P*₁. Затѣмъ, при помощи этого наконечника *P*₁ присоединяють бюретку *C*₁ къ конусообразному прибору В и, открывъ зажимы *p* и *q*, перепускаютъ въ него солянаго раствора 70 к. с. (емкость верхняго шара между мѣтками *m* и *kc*). Послѣ этого, бюретку удаляютъ прочь и, взявъ приборъ В въ руки, какъ показано на (рис. 52), взбалтываютъ его содержимое въ теченіе 3 минутъ, стараясь, чтобы жидкость какъ либо не попала въ трубку, снабженную дѣлошьями. Затѣмъ приборъ опять оставляютъ стоять вертикально 20 минутъ. Черезъ 20 минутъ,

соединивъ его по прежнему съ бюреткой C_1 и, открывъ зажимы p и q , заставляютъ выдѣлившійся малиновый верхній маслянистый слой подниматься до тѣхъ поръ, пока нижній уровень его не совпадетъ съ нулевымъ дѣленіемъ градуированной трубки прибора B . Если при этомъ замѣчается, что отдѣльныя капли окрашенной жидкости пристали къ стѣнкамъ конусообразнаго резервуара, то ихъ заставляютъ подняться вверхъ легкимъ вращеніемъ резервуара вокругъ его продольной оси. Послѣ этого отсчитываютъ объемъ, занимаемый верхнимъ слоемъ. Полученная цифра, обозначаемая буквой e , представляетъ изъ себя базисъ.

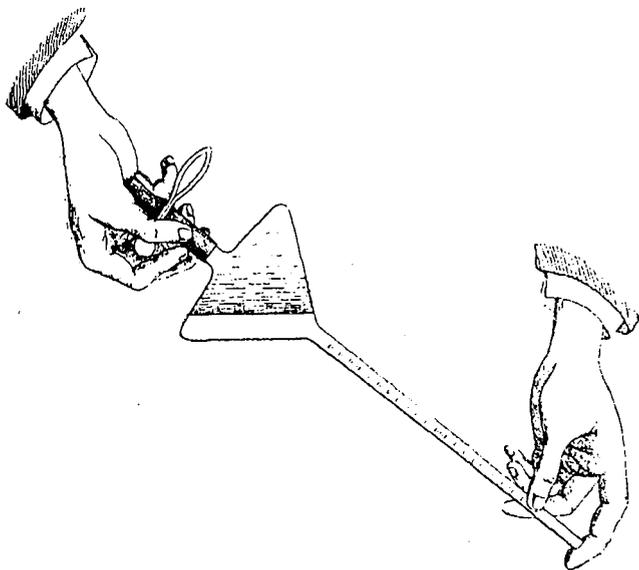


Рис. 52.

(Опредѣленіе сивушнаго масла ¹⁾) въ сырыхъ спиртахъ производится точно такъ же, какъ это описано для установки прибора. Объемъ маслянистаго слоя для сырыхъ спиртовъ получится при этомъ больше, чѣмъ базисъ e , и обозначается буквой a . Для нахождения количества сивушнаго масла вычитаютъ изъ a базисъ e и по таблицѣ отыскиваютъ, чему отвѣчаетъ величина $a - e$, а затѣмъ найденное количество перечисляютъ на изслѣдуемый спиртъ, принявъ во вниманіе, насколько онъ былъ разбавленъ для анализа.

Среднее содержаніе сивушнаго масла въ сырыхъ спиртахъ (картофельныхъ и хлѣбныхъ) бываетъ 0,3—0,4% (maxim. 0,8% minim. 0,1%). Въ хорошемъ ректификованномъ спиртѣ сивушныхъ маселъ рѣдко бываетъ больше 0,001%.

¹⁾ При установкѣ базиса и опредѣленіи сивушныхъ маселъ по способу Кучерова температура всѣхъ растворовъ должна быть одинакова (комнатная).

Таблица для опредѣленія содержанія свищнаго масла въ спиртахъ по способу проф. Кучерова.

а—с въ куб. сант.	Содержаніе свищнаго масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.	а—с въ куб. сант.	Содержаніе свищнаго масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.	а—с въ куб. сант.	Содержаніе свищнаго масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.	а—с въ куб. сант.	Содержаніе свищнаго масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.
0,00	0,00	0,28	1,30	0,56	2,71	0,84	4,12
0,01	0,04	0,29	1,35	0,57	2,76	0,85	4,17
0,02	0,08	0,30	1,40	0,58	2,81	0,86	4,22
0,03	0,13	0,31	1,45	0,59	2,86	0,87	4,27
0,04	0,17	0,32	1,50	0,60	2,91	0,88	4,32
0,05	0,21	0,33	1,55	0,61	2,96	0,89	4,37
0,06	0,26	0,34	1,60	0,62	3,01	0,90	4,42
0,07	0,30	0,35	1,65	0,63	3,06	0,91	4,48
0,08	0,34	0,36	1,70	0,64	3,11	0,92	4,53
0,09	0,39	0,37	1,75	0,65	3,16	0,93	4,58
0,10	0,43	0,38	1,80	0,66	3,21	0,94	4,63
0,11	0,47	0,39	1,85	0,67	3,26	0,95	4,68
0,12	0,52	0,40	1,91	0,68	3,31	0,96	4,73
0,13	0,57	0,41	1,96	0,69	3,36	0,97	4,78
0,14	0,62	0,42	2,01	0,70	3,42	0,98	4,83
0,15	0,66	0,43	2,06	0,71	3,47	0,99	4,88
0,16	0,71	0,44	2,11	0,72	3,52	1,00	4,93
0,17	0,76	0,45	2,16	0,73	3,57	1,01	4,98
0,18	0,81	0,46	2,21	0,74	3,62	1,02	5,04
0,19	0,86	0,47	2,26	0,75	3,67	1,03	5,09
0,20	0,91	0,48	2,31	0,76	3,72	1,04	5,14
0,21	0,96	0,49	2,36	0,77	3,77	1,05	5,19
0,22	1,01	0,50	2,41	0,78	3,82	1,06	5,24
0,23	1,06	0,51	2,46	0,79	3,87	1,07	5,29
0,24	1,11	0,52	2,51	0,80	3,92	1,08	5,34
0,25	1,15	0,53	2,56	0,81	3,97	1,09	5,40
0,26	1,20	0,54	2,61	0,82	4,02	1,10	5,45
0,27	1,25	0,55	2,66	0,83	4,07	1,11	5,50

а—с въ куб. сант.	Содержаніе сивушного масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.	а—с въ куб. сант.	Содержаніе сивушного масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.	а—с въ куб. сант.	Содержаніе сивушного масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.	а—с въ куб. сант.	Содержаніе сивушного масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.
1,12	5,55	1,42	7,15	1,72	8,82	2,02	10,63
1,13	5,60	1,43	7,20	1,73	8,88	2,03	10,69
1,14	5,65	1,44	7,26	1,74	8,94	2,04	10,76
1,15	5,70	1,45	7,31	1,75	8,99	2,05	10,82
1,16	5,76	1,46	7,37	1,76	9,05	2,06	10,88
1,17	5,81	1,47	7,43	1,77	9,11	2,07	10,94
1,18	5,86	1,48	7,48	1,78	9,17	2,08	11,00
1,19	5,91	1,49	7,54	1,79	9,23	2,09	11,06
1,20	5,96	1,50	7,59	1,80	9,29	2,10	11,12
1,21	6,01	1,51	7,65	1,81	9,35	2,11	11,18
1,22	6,07	1,52	7,70	1,82	9,41	2,12	11,25
1,23	6,12	1,53	7,76	1,83	9,47	2,13	11,31
1,24	6,17	1,54	7,82	1,84	9,53	2,14	11,37
1,25	6,22	1,55	7,87	1,85	9,59	2,15	11,43
1,26	6,27	1,56	7,93	1,86	9,65	2,16	11,49
1,27	6,32	1,57	7,98	1,87	9,72	2,17	11,55
1,28	6,37	1,58	8,04	1,88	9,78	2,18	11,61
1,29	6,43	1,59	8,10	1,89	9,84	2,19	11,67
1,30	6,48	1,60	8,15	1,90	9,90	2,20	11,73
1,31	6,53	1,61	8,21	1,91	9,96	2,21	11,80
1,32	6,59	1,62	8,26	1,92	10,02	2,22	11,86
1,33	6,64	1,63	8,32	1,93	10,08	2,23	11,92
1,34	6,70	1,64	8,38	1,94	10,14	2,24	11,98
1,35	6,76	1,65	8,43	1,95	10,20	2,25	12,04
1,36	6,81	1,66	8,49	1,96	10,27	2,26	12,10
1,37	6,87	1,67	8,54	1,97	10,33	2,27	12,16
1,38	6,92	1,68	8,60	1,98	10,39	2,28	12,22
1,39	6,98	1,69	8,66	1,99	10,45	2,29	12,29
1,40	7,03	1,70	8,71	2,00	10,51	2,30	12,35
1,41	7,09	1,71	8,77	2,01	10,57	2,31	12,41

а—с въ куб. сант.	Содержаніе сивушного масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.	а—с въ куб. сант.	Содержаніе сивушного масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.	а—с въ куб. сант.	Содержаніе сивушного масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.	а—с въ куб. сант.	Содержаніе сивушного масла въ % по вѣсу на безводный спиртъ.
2,32	12,47	2,62	14,51	2,92	16,70	3,22	18,89
2,33	12,53	2,63	14,59	2,93	16,77	3,23	18,96
2,34	12,59	2,64	14,66	2,94	16,84	3,24	19,03
2,35	12,65	2,65	14,73	2,95	16,91	3,25	19,11
2,36	12,71	2,66	14,80	2,96	16,99	3,26	19,18
2,37	12,78	2,67	14,88	2,97	17,06	3,27	19,25
2,38	12,84	2,68	14,95	2,98	17,13	3,28	19,33
2,39	12,90	2,69	15,02	2,99	17,21	3,29	19,40
2,40	12,97	2,70	15,09	3,00	17,28	3,30	19,47
2,41	13,03	2,71	15,17	3,01	17,35	3,31	19,54
2,42	13,09	2,72	15,24	3,02	17,42	3,32	19,62
2,43	13,15	2,73	15,31	3,03	17,50	3,33	19,69
2,44	13,22	2,74	15,38	3,04	17,57	3,34	19,76
2,45	13,29	2,75	15,46	3,05	17,64	3,35	19,84
2,46	13,36	2,76	15,53	3,06	17,72	3,36	19,91
2,47	13,43	2,77	15,60	3,07	17,79	3,37	19,98
2,48	13,50	2,78	15,68	3,08	17,86	3,38	20,06
2,49	13,58	2,79	15,75	3,09	17,94	3,39	20,13
2,50	13,65	2,80	15,82	3,10	18,01	3,40	20,20
2,51	13,72	2,81	15,89	3,11	18,08	3,41	20,28
2,52	13,79	2,82	15,97	3,12	18,15	3,42	20,35
2,53	13,86	2,83	16,04	3,13	18,23	3,43	20,42
2,54	13,94	2,84	16,11	3,14	18,30	3,44	20,50
2,55	14,01	2,85	16,19	3,15	18,37	3,45	20,57
2,56	14,08	2,86	16,26	3,16	18,45	3,46	20,64
2,57	14,15	2,87	16,33	3,17	18,52	3,47	20,72
2,58	14,22	2,88	16,40	3,18	18,59	3,48	20,79
2,59	14,30	2,89	16,48	3,19	18,67	3,49	20,86
2,60	14,37	2,90	16,55	3,20	18,74	3,50	20,94
2,61	14,44	2,91	16,62	3,21	18,81	3,51	21,01

Определение общей кислотности спирта.

Общая кислотность спирта определяется титрованиемъ 100 к. с. испытуемаго спирта $\frac{1}{10}$ нормальнымъ растворомъ ъдкой щелочи. Индикаторомъ служить фенолфталеинъ — 2 капли. Израсходованная на титрование щелочь пересчитывается на уксусную кислоту. (1 к. с. $\frac{1}{10}$ нормальной щелочи отвѣчаетъ 0,006 гр. уксусной кисл.).

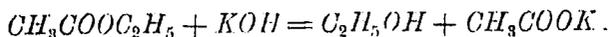
Определение эфировъ.

Определение основано на свойствѣ сложныхъ эфировъ омыляться при кипяченіи ихъ со щелочами ¹⁾, при чемъ щелочь соединяется съ кислотой, входившей въ составъ сложнаго эфира, и даетъ соль. Такимъ образомъ, зная, сколько щелочи потрачено на омыленіе, можемъ узнать и количество сложнаго эфира, если извѣстно какой именно сложный эфиръ находится въ испыдуемомъ спиртѣ. Такъ какъ такимъ эфиромъ обыкновенно бываетъ уксусноэтильный, то и результатъ опредѣленія отпослать къ нему. Та порція, съ которой производилось опредѣленіе кислотности, служитъ и для опредѣленія эфировъ. Для этого, по окончаніи титрованія, произведеннаго для опредѣленія кислотности, къ содержимому колбы приливаютъ избытокъ титрованнаго раствора щелочи (около 20 к. с.) и, соединивъ колбу съ обратнымъ холодильникомъ, кипятятъ около часа; жидкость при этомъ должна оставаться окрашенной въ красный цвѣтъ отъ фенолфталеина. Затѣмъ, давъ содержимому колбы охладиться, оттитровываютъ избытокъ щелочи титрованной $\frac{1}{10}$ норм. сѣрной кислотой. Зная, сколько взято щелочи, сколько пошло на обратное титрованіе кислоты, зная соотношеніе между титрами щелочи и кислоты, узнаютъ количество щелочи, пошедшей на омыленіе. Такъ какъ 1 к. с. $\frac{1}{10}$ нормальной ъдкой щелочи омыляетъ 8,8 миллиграммовъ уксуснаго эфира, то по количеству изотраченной на омыленіе щелочи легко опредѣлить количество эфировъ.

Скорость обезцвѣчиванія хамелеона.

Марганцевокислый калий — $KMnO_4$ (хамелеонъ)—часто применяется для сужденія о чистотѣ спирта. Если къ спирту, содержащему постороннія вещества, прибавить хамелеона, то фіолетово-красный оттѣнокъ этого

¹⁾ По уравненію



уксусноэтильный
эфиръ.

этильный
спиртъ.

уксуснокислый
каліи.

реактива изменяется и приобретает цветъ семги въ зависимости отъ большаго или меньшаго содержанія примѣсей черезъ различное время. Строгой, точно установленной, параллельности между временемъ, потребнымъ для измененія цвѣта хамелеона, и количествомъ той или иной примѣси не найдено, тѣмъ не менѣе, можно принять, что спирты не высокаго качества при окисленіи ихъ растворомъ марганцовокислаго калия обладаютъ небольшою продолжительностью обезцвѣчиванія, а спирты хорошаго качества, требуютъ для этого значительной продолжительности.

Испытаніе спиртовъ хамелеономъ производится по способу Ланга, принятому въ Россіи, какъ оффиціальнымъ. Для этого въ стклянку съ притертой пробкой, емкостью 100 к. с., помѣщаютъ 50 к. с. испытуемаго спирта и къ нему прибавляютъ 1 к. с. раствора хамелеона (100 миллиграммовъ $KMnO_4$ на 500 к. с. воды). Перемишавъ смѣсь, стклянку помѣщаютъ въ водяную ванну при $15^{\circ} C$ и замѣчаютъ время, протекающее отъ момента прибавленія хамелеона до появленія окраски цвѣта семги.

Спирты наивысшей очистки показываютъ наименьшую продолжительность хамелеонной реакціи 24 мин., maximum 90 мин. (среднее 55 м.); спирты высокой очистки minimum 10 мин., maximum 60 м. (ср. 32 м.). Спирты, обыкновенные, очищенные, minimum 0 м., maximum 65 м. (сред. 13 м.). Русскій обыкновенный ректификованный спиртъ, идущій для приготовления казеннаго вина, съ среднимъ имѣетъ скорость обезцвѣчиванія 22 м. 44 сек., а двойной ректификаціи 55 мин. 55 сек.

Испытаніе сѣрной кислотой.

Испытаніе спиртовъ сѣрной кислотой (пріемъ оффиціальнымъ) производится по методу Савалля и требуетъ для полученія точныхъ сравнимыхъ результатовъ строгаго соблюденія тѣхъ пріемовъ, которые ниже описаны.

Сѣрная кислота, примѣняемая при испытаніи спиртовъ, должна быть уд. в. 1,84, не имѣть рѣшительно никакой окраски, не содержать постороннихъ примѣсей (азотной кисл., селена, азотистой и сѣрнистой кислотъ, аммиачныхъ солей, мышьяка, нелетучаго остатка и т. п.). Она должна сохраняться въ стклянкахъ съ хорошо пришлифованными пробками, которыя въ свою очередь прикрываются стеклянными, пришлифованными колпачками. Пробирки и колбочки, въ которыхъ производится испытаніе, должны быть высушены въ мѣстахъ, защищенныхъ отъ пыли, но никоимъ образомъ ихъ нельзя вытирать внутри полотенцемъ или бумагой.

Испытаніе должно производиться при дневномъ свѣтѣ. Для этого раньше готовятъ спиртовую лампочку: ровно обрѣзанный фитиль выдвигаютъ настолько, чтобы пламя имѣло длину около вершка и ширину въ нижней, самой широкой части, около $\frac{1}{4}$ вершка. Лампочку помѣщаютъ

ють на такой высотѣ, чтобы пламя ея приходилось на одномъ уровнѣ съ глазомъ экспериментатора. Затѣмъ въ колбочку, съ длиннымъ горломъ, точно отмѣриваютъ мѣрнымъ цилиндромъ 10 к. с. испытуемого спирта и такое-же количество сѣрной кислоты, которую вливаютъ въ спиртъ пріема въ четыре при тщательномъ быстромъ размѣшиваніи, послѣ чего смѣсь нагрѣваютъ на лампочкѣ (зажженной передъ смѣшеніемъ спирта съ кислотой). Нагрѣваніе ведутъ такъ: взявъ тремя пальцами колбочку за ея горлышко, вводятъ ее наклонно въ верхнюю часть пламени и немедленно заставляютъ жидкость кипѣть во вращеніе то въ одну сторону, то въ другую, вслѣдствіе чего она хорошо перемѣшивается и устранивается перегрѣваніе, что могло-бы повести къ обугливанію спирта. Не выводя колбочки изъ пламени, и стараясь, чтобы язычекъ пламени не облизывалъ колбочку выше уровня нагрѣваемой жидкости, продолжаютъ нагрѣваніе до тѣхъ поръ, пока не появятся признаки настоящаго кипѣнія, за начало котораго считаютъ моментъ, когда со дна сосуда съ легкимъ, довольно рѣзкимъ, трескомъ и ровными маленькими толчками, заставляющими колбочку слегка вздрагивать, начинаютъ выдѣляться пузырьки болѣе крупныя, большая часть которыхъ въ первое время снова поглощается жидкостью. Затѣмъ, когда при дальнѣйшемъ нагрѣваніи пузырьки пара восходятъ на поверхность, которая покрывается пѣной, нагрѣваніе должно быть тотчасъ-же прекращено.

Отставивъ колбочку и давъ ей охладиться, ея содержимое переливаютъ въ пробирку, рядомъ съ которой помѣщаются, съ одной стороны, такая-же пробирка съ сѣрной кислотой, служившей для испытанія, а съ другой, — съ испытуемымъ спиртомъ. Высота жидкостей въ этихъ 3-хъ пробиркахъ должна быть одна и та-же. Затѣмъ, подложивъ подъ пробирки бѣлую бумагу, (лучше пробирки помѣстить въ особый стативъ, выкрашенный въ черный цвѣтъ, закрытый со всѣхъ сторонъ и открытый только сверху и снизу) наблюдаютъ, глядя сверху, окраску смѣси. Если смѣсь эта по цвѣту будетъ темнѣе, чѣмъ рядомъ стоящіе сѣрная кислота и спиртъ, то послѣдній признается не выдерживающимъ пробы на чистоту; если-же разницы въ отѣнкахъ нѣтъ, то — выдерживающимъ. Въ случаѣ сомнительнаго результата, испытаніе производится еще 2 раза и окончательную оцѣнку спирта даютъ на основаніи самой безцвѣтной изъ всѣхъ произведенныхъ пробъ.

Если спиртъ перевозился въ деревянныхъ бочкахъ, или въ него попалъ сургучъ и т. п., то спиртъ предварительно слѣдовало-бы перегнать. Эту перегонку производить изъ особыхъ колбочекъ, въ родѣ Вюрцбургскихъ, которыя соединены съ холодильникомъ и пріемникомъ при помощи шифовъ, дабы спиртъ не приходилъ въ соприкосновеніе съ обыкновенной пробкой.

Наставленіємъ для испытанія ректификованнаго спирта при приѣмкѣ его въ казну отъ 31 авг. 1906 г. предварительная перегонка отмѣнена.

Требованія, которымъ должны удовлетворять сырые и ректификованные спирты, принимаемые въ казну для надобностей казенной продажи питей.

Сырой спиртъ.

- а) Сырой спиртъ долженъ быть выкурень исключительно изъ хлѣбныхъ припасовъ или картофеля, что удостовѣряется окружнымъ акцизнымъ управленіемъ, по мѣсту прохожденія спирта;
- б) крѣпость спирта должна быть не ниже 80° по Траллесу;
- в) содержаніе сивушныхъ маселъ въ спиртѣ сырецѣ не должно превышать 0,8% по вѣсу на абсолютный алкоголь;
- г) спиртъ не долженъ имѣть, несвойственныхъ спирту сырцу, запаха, вкуса и постороннихъ примѣсей;
- д) сырой паточный спиртъ ни въ какомъ случаѣ не принимается въ казну.

Ректификованный спиртъ (однократной ректификаціи)

- а) спиртъ долженъ имѣть крѣпость 95°. Допускается къ приѣмкѣ спиртъ съ пониженіемъ платы, крѣпостью меньше 95°, но не менѣе 94°; ректификованный спиртъ слабѣе 94° въ казну не принимается;
- б) спиртъ не долженъ имѣть привкуса или запаха, но свойственныхъ хорошему ректификованному спирту, а также не долженъ содержать какихъ-либо постороннихъ примѣсей;
- в) спиртъ будучи смѣшанъ съ сѣрной кислотой уд. в. 1,84, въ пропорціи 10 ч. сѣрной кислоты и 10 частей спирта, и нагрѣтъ до кипѣнія, долженъ оставаться безцвѣтнымъ;
- г) Спиртъ не долженъ содержать фурфурола, опредѣляемаго при помощи анилина и соляной кислоты.

Спиртъ двойной ректификаціи.

Кромѣ тѣхъ требованій, которыя примѣняются къ спирту однократной ректификаціи, спиртъ двойной ректификаціи долженъ удовлетворять еще слѣдующимъ требованіямъ:

- а) выдерживать пробу съ марганцово — калиевой солью, при чемъ, промежутокъ времени для раскисленія хамелсона такимъ спиртомъ долженъ быть не менѣе 30 минутъ;

б) выдерживать пробу съ фуксиносѣринетой кислотою на содержаніе альдегида (т. е. не содержать его) и

в) выдерживать испытаніе салициловымъ альдегидомъ (т. е. не содержать свищнаго масла).

Коньякъ, ромъ, настойки, наливки и т. п.

Коньякъ добывается перегонкой натурального вина, и поэтому онъ обладаетъ букетомъ, похожимъ на букетъ виноградныхъ винъ, но такъ какъ его передъ выпускомъ въ продажу долго сохраняютъ въ деревянныхъ бочкахъ, то онъ пріобрѣтаетъ пѣжный вкусъ и желтоватую окраску. Для того, чтобы придать не достаточно выдержаннымъ коньякамъ эту пѣжность вкуса, часто прибавляютъ къ нимъ нѣкоторое количество сахара, а для сообщенія имъ желтой окраски—карамель.

Ромъ готовится перегонкой перебродившей патоки, получаемой при добываніи сахара изъ сахарнаго тростника. Его букетъ при долгомъ сохраненіи значительно улучшается. Ромъ почти всегда подкрашивается карамелью.

Настаивая водки или спиртъ на горькихъ и ароматическихъ растительныхъ веществахъ, получаютъ такъ называемыя, настойки, напр: полынную, рябиновую и т. п. Изъ спирта, сахара, (растительныхъ веществъ) и эфирныхъ маселъ приготавливаютъ наливки и ликёры (абсентъ, бенедиктинъ, кюммель и т. д.).

Спиртные напитки подвергаются многочисленнымъ поддѣлкамъ; 1) они разбавляются водою 2) спиртъ одного происхожденія замѣняется болѣе дешевымъ другого происхожденія (напр., въ коньякъ прибавляется болѣе дешевый спиртъ, полученный при броженіи ржи или картофеля) 3) прибавляются различныя ароматическія настойки, эссенціи и другія вѣщ. Такъ, напримѣръ для того, чтобы обыкновенной водкѣ придать видъ старки (старой водки) къ ней прибавляютъ сѣрной кислоты, способствующей образованію эфировъ; ананасная водка готовится часто на ананасной эссенціи; къ киршвассеру прибавляется нитробензолъ (мирбановая эссенція), 4) спиртные напитки, наконецъ, часто подкрашиваются сахарнымъ кулеромъ, куркумой, анилиновыми красками и т. п.

При изслѣдованіи этихъ напитковъ опредѣляютъ запахъ, вкусъ, содержаніе спирта (см. вино), количество твердаго остатка и количество минеральныхъ веществъ (см. вино), общее содержаніе эфировъ (см. спиртъ) и количество вышнихъ спиртовъ. Кромѣ того, дѣлаются реакціи на альдегидъ и фурфуролъ, для чего изслѣдуемый продуктъ перегоняютъ, и дальше съ дестиллатомъ поступаютъ, какъ указано при спиртѣ. Рѣже

производится опредѣленіе сахара, горькихъ и красящихъ веществъ, синильной кислоты и нитробензола. Последнія 2 опредѣленія производятся при изслѣдованіи наитковъ, приготовленныхъ изъ вишни, сливы, абрикосовъ и т. п.

Опредѣленіе запаха производится такъ. На одну ладонь наливаютъ небольшое количество испытуемаго продукта и растираютъ другою ладонью, затѣмъ, послѣ испаренія жидкости, нюхаютъ. Иногда изслѣдуемый наитокъ наливаютъ въ небольшую коническую колбочку (наитка берется столько, чтобы она только покрывала донышко) и, закрывъ рукой горлышко колбы, ополаскиваютъ наиткомъ ея стѣнки, послѣ чего, снявъ руку, нюхаютъ пары.

Опредѣленіе вкуса производится для крупяныхъ наитковъ послѣ разбавленія ихъ до 30 об. проц. теплою водою. Для опредѣленія вкуса достаточно изслѣдуемымъ продуктомъ ополоснуть ротъ: послѣ довольно скорого исчезновенія вкуса виннаго спирта остается вкусъ побочныхъ продуктовъ.

Опредѣленіе высшихъ спиртовъ (сивушныхъ маселъ).

Такъ какъ различныя вещества, находящіяся въ коньякѣ, ромѣ и наливкѣ, вліяютъ на точность опредѣленія сивушныхъ маселъ, то такіа жидкости обыкновенно подвергаютъ предварительной перегонкѣ, для чего 200 куб. с. перегоняютъ съ либиховскимъ холодильникомъ до тѣхъ поръ, пока въ дестиллятѣ не соберется около $\frac{1}{5}$ всей жидкости. Такъ какъ при перегонкѣ наблюдаются толчки, то въ перегонную колбу бросаютъ нѣсколько кусковъ помзы. Дестиллятъ собираютъ въ мѣдную, емкостью въ 200 к. с. колбу и послѣ окончанія перегонки и охлажденія до $15^{\circ} C$, добавляютъ водою до черты. При опредѣленіи сивушныхъ маселъ поступаютъ далѣе такъ, какъ указано при спиртѣ.

Если въ изслѣдуемой жидкости есть угольный ангидридъ, то для удаленія его слѣдуетъ прокипятить жидкость около $\frac{1}{2}$ часа съ обратнымъ холодильникомъ.

Открытіе и опредѣленіе синильной кислоты

Синильная кислота въ спиртныхъ наиткахъ можетъ быть или въ свободномъ видѣ или въ соединеніи съ другими веществами (по Виндину съ бензойнымъ альдегидомъ).

Для открытія свободной синильной кислоты 5 к. с. изслѣдуемаго продукта, прибавляютъ нѣсколько капель свѣжеприготовленной гваяковой настойки (0,1 гр. гваяковой смолы растворяютъ въ 50 к. с. спирта и за-

тѣмъ, разбавляютъ 50 к. с. воды) и 2 капли 1% раствора мѣднаго купороса и хорошо перемѣшиваютъ. Въ случаѣ присутствія свободной синильной кислоты появляется спѣе окраиваніе.

Для открытія связанной синильной кислоты 5 к. с. напитка дѣлаютъ щелочнымъ при помочи ѣдкой щелочи и оставляютъ стоять минутъ 5. Послѣ этого жидкость пересыщаютъ уксусной кислотой до слабо-кислой реакціи и, затѣмъ, съ растворомъ поступаютъ такъ, какъ только что было указано для открытія свободной синильной кислоты. При этомъ присутствіе связанной синильной кислоты узнается по тому, что получается значительно болѣе интенсивная окраска, чѣмъ при испытаніи на свободную синильную кислоту.

Количественно синильная кислота опредѣляется по Фольгарду, при чемъ опредѣляютъ свободную кислоту и общее количество свободной и связанной, а затѣмъ, по разности находятъ количество связанной.

Для опредѣленія свободной синильной кислоты къ не менѣе 100 к. с. напитка приливаютъ изъ бюретки избытокъ титрованного раствора азотно-кислаго серебра (3,1496 $AgNO_3$ въ 100 к. с.; 1 к. с. этого раствора отвѣчаетъ 0,5 mg HCN), добавляютъ водой до 300 к. с. и фильтруютъ черезъ сухой фильтръ. Въ отфильтрованной части фильтрата опредѣляютъ избытокъ серебра титрованіемъ роданистымъ аммоніемъ (железные квасцы, какъ индикаторъ). Затѣмъ, умноживъ количество кубич. сантиметровъ раствора азотнокислаго серебра, помешаго на осажденіе синильной кислоты ¹⁾, на 0,5, находятъ количество синильной кислоты во взятой порціи напитка.

Для опредѣленія общаго количества синильной кислоты не менѣе 100 к. с. напитка дѣлаютъ сильно щелочнымъ при помочи амміака, затѣмъ, прибавляютъ избытокъ титрованного раствора азотнокислаго серебра и тотчасъ же подкисляютъ азотной кислотой. Отфильтровавъ отъ осадка, въ фильтратѣ опредѣляютъ избытокъ серебра титрованіемъ роданистымъ аммоніемъ и вычисляютъ общее количество синильной кислоты такъ, какъ указано выше.

Такъ какъ считаютъ, что связанная синильная кислота находится въ видѣ ея соединенія съ бензойнымъ альдегидомъ, то для того, чтобы вычислить какое количество этого соединенія находится въ изслѣдуемомъ веществѣ, найденное количество связанной синильной кислоты умножаютъ на 4,92.

Напитки, которые содержатъ экстрактъ или хлористыя соединенія передъ опредѣленіемъ синильной кислоты должны быть перегнаны.

¹⁾ Т. е. вычтя изъ прилитаго вначалѣ количества азотнокислаго серебра столько, сколько оказалось избыточнымъ при титрованіи роданистымъ аммоніемъ.

Количество синильной кислоты въ напиткахъ бываетъ обыкновенно незначительно: 0—7,2 *mg* свободной и 0,7—10,6*mg* связанной въ 100 к. с.

Открытие красящихъ веществъ.

Все напитки, которые приобрѣли желтоватую окраску вследствие продолжительнаго сохраненія въ деревянныхъ (дубовыхъ) бочкахъ содержатъ дубильную кислоту и даютъ съ хлорнымъ желѣзомъ зеленовато-черное окрашиваніе. Для открытія сахарнаго кулера (карамели), которая служитъ для подкраски молодыхъ напитковъ, по Амтору къ 10 к. с. извлекаемаго напитка прибавляютъ 30—50 к. с. паральдегида и столько спирта, чтобы жидкости вполне смѣшались. Послѣ этого оставляютъ стоять. Черезъ 24 часа карамель выдѣляется въ видѣ буроватой массы. Эту выдѣлившуюся массу растворяютъ въ водѣ, сгущаютъ выпариваніемъ на водяной банѣ, фильтруютъ и фильтратъ испытываютъ на присутствіе сахара, прибавивъ къ нему 1 гр. солянокислаго фенилгидразина и 2 гр. уксуснокислаго натрія. Въ присутствіи сахара, всегда находящагося въ карамели, появляется желтый осадокъ или желтое окрашиваніе. Этотъ осадокъ растворимъ въ аммиакѣ и отъ соляной кислоты выдѣляется въ видѣ хлопьевъ. Для открытія анилиновыхъ и друг. красокъ, напитки выпариваютъ, прибавивъ песка, на водяной банѣ до суха. Остатокъ извлекаютъ эфиромъ или амиловымъ спиртомъ. Красное окрашиваніе указываетъ на присутствіе фуксина, орсели и т. п., желтое на куркуму, пикриновую кислоту и т. п.

Открытие нитробензола.

Къ извлекаемому продукту прибавляютъ разбавленной сѣрной кислоты и нѣсколько кусочковъ цинка. При дѣйствіи водорода въ моментъ выдѣленія нитробензолъ переводится въ анилинъ. Для открытія послѣдняго жидкость, послѣ того, какъ выдѣленіе водорода происходило въ теченіе нѣкотораго времени, разбавляютъ водою, фильтруютъ, фильтратъ пересыщаютъ ѣдкой щелочью и взбалтываютъ съ эфиромъ. Получившійся эфирный растворъ анилина выпариваютъ и къ остатку отъ выпариванія прибавляютъ небольшое количество бѣлизной извѣсти. Въ случаѣ присутствія анилина появляется пурпурно-фіолетовое окрашиваніе.

Открытие алоэ.

Для приготовленія горькихъ крѣпкихъ спиртныхъ напитковъ иногда прибавляютъ различнаго рода горькія вещества, среди которыхъ наибольшимъ распространеніемъ пользуется очень вредное алоэ. Алоэ не растворимо въ петролейномъ эфирѣ въ то время, какъ другія естественныя

горькія вещества въ немъ сравнительно легко растворяются. Поэтому изслѣдусмый напитокъ, выпаренный на водяной банѣ до густоты сиропа, извлекаютъ нѣсколько разъ петролейнымъ эфиромъ. Остатокъ отъ извлеченія обрабатываютъ амиловымъ спиртомъ. Если по испареніи раствора въ амиловомъ спиртѣ остается некристаллическая желтая масса, то это указываетъ на присутствіе алоэ. Въ качествѣ повѣрочныхъ реакцій могутъ служить слѣдующія: алоэ даетъ осадки съ основнымъ уксуснокислымъ свинцомъ, азотнокислой закисью ртути и дубильной кислотой, при этомъ осадокъ отъ дубильной кислоты въ избыткѣ послѣдней растворяется, возстановляетъ щелочный растворъ окиси мѣди и растворъ золота при нагреваніи. Если часть остатка, полученнаго отъ выпариванія послѣ извлеченія его петролейнымъ эфиромъ, прокипятить съ крѣпкой азотной кислотой, затѣмъ, испарить послѣднюю на водяной банѣ, то остается вещество, которое, будучи нагрѣто съ ѣдкимъ кали и съ цѣаниснымъ калиемъ, окрашивается въ кровно-красный цвѣтъ.

Открытіе минеральныхъ кислотъ ем. уксусъ.

При рѣшеніи вопроса о чистотѣ и натуральности крѣпкихъ спиртныхъ напитковъ нужно имѣть въ виду, что, хотя химическое изслѣдованіе во многихъ случаяхъ можетъ дать цѣнныя указанія по этому вопросу, тѣмъ не менѣе окончательное рѣшеніе, натураленъ ли напитокъ, можетъ быть дано только на основаніи вкуса его и запаха.

Химическій составъ коньяка и рома очень различенъ, какъ видно изъ таблицы, составленной Кеннгомъ на основаніи большого числа анализовъ.

	Содержаніе	Удельный вѣсъ.	Алкоголь (объемные %)	Въ 100 к. с. въ миллиграммахъ							
				Экстрактъ	Кислоты = С. П. О ₂	Альдегиды (уксусный)	Фурфуролъ	Эфиръ	Высше спирта	Минеральн. вещества	
РОМЪ	Настоящій искусств.	Minim.	0,8143	44,0	30,0	4,0	0,2	0,7	43,0	26,0	0,001
		Среднее	0,9000	71,1	549,5	101,5	13,0	2,3	270,7	151,8	0,010
		Maxim.	0,9484	93,3	1740,0	204,0	26,0	13,4	1926,0	298,8	0,062
		Среднее	0,9472	45,5	500,6	18,4	2,8	0,2	37,2	12,4	—
КОНЬЯКЪ	Настоящій французск. искусств.	Minim.	—	35,3	слѣды	9,6	2,8	слѣды	13,4	58,1	0
		Среднее	—	56,1	533,2	45,9	13,6	0,9	119,4	162,0	10,5
		Maxim.	—	81,8	3902,0	202,1	48,1	3,8	293,9	427,0	30,0
		Среднее	—	40,9	230,0	10,2	1,1	0,2	7,0	4,7	—

В и н о.

Виномъ называется напитокъ, полученный при алкогольномъ броженіи сока свѣжаго винограда безъ прибавки какихъ либо постороннихъ веществъ. Къ числу допустимыхъ въ винѣ постороннихъ примѣсей относятся только такія, которыя въ него попадаютъ при правильномъ его выдерживаніи въ погребахъ.

Вино, подлежащее изслѣдованію доставляется въ количествѣ около 1500 к. с. (около двухъ бутылокъ) съ обозначеніемъ сорта, года и мѣста его полученія. Оно должно до изслѣдованія сохраняться въ закупоренныхъ бутылкахъ въ темномъ прохладномъ мѣстѣ.

Прежде чѣмъ приступить къ изслѣдованію вина, необходимо обратить вниманіе на то, нѣтъ-ли въ немъ мути. Мутныя вина необходимо предварительно профильтровать, при чемъ воронка должна быть покрыта стекломъ во избѣжаніе улетучиванія спирта и ароматическихъ веществъ. Если температура принесеннаго въ лабораторію и оказавшагося мутнымъ вина ниже 15°, то прежде, чѣмъ приступить къ фильтрованію, его при постоянномъ взбалтываніи слѣдуетъ нагрѣть до 15°.

При изслѣдованіи вина постоянно производятся слѣдующія опредѣленія: испытаніе на вкусъ, опредѣленіе удѣльнаго вѣса, спирта, экстракта, минеральныхъ веществъ, общей кислотности, предварительное испытаніе на летучія кислоты и сѣрную кислоту и для красныхъ винъ испытаніе на постороннія красящія вещества.

Для рѣшенія вопроса о натуральности вина часто этихъ опредѣленій оказывается не достаточно и тогда приходится опредѣлять инвертный сахаръ, тростниковый сахаръ, летучія кислоты, нелетучія кислоты, сѣрную кислоту глицеринъ, дубильную кислоту, азотъ, сѣрную кислоту, хлоръ, фосфорную кислоту и дѣлать пробы на присутствіе азотной кислоты, консервирующихъ веществъ, гумми, декстрина, сахарина. Полученные результаты анализа выражаются въ граммахъ на литръ, количество спирта въ объемныхъ процентахъ, количество сѣрнистой кислоты въ миллиграммахъ на литръ.

Испытаніе винъ на запахъ и вкусъ, а также ихъ внѣшній видъ (цвѣтъ, прозрачность) имѣетъ очень большое значеніе. Вина, которыя проявляютъ запахъ и вкусъ уксуса, хотя бы они имѣли и малое количество летучихъ кислотъ (меньше 2 гр. на литръ), признаются испорченными.

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса.

Удѣльный вѣсъ опредѣляется пикнометромъ (см. нефть) при 15°
Объемъ пикнометра—около 50 к. с.

Опредѣленіе спирта.

Вино, шалитое въ пикнометръ для опредѣленія удѣльнаго вѣса, выливаютъ въ перегонную колбу (150—200 к.) и пикнометръ ополаскиваютъ раза 2—3 небольшимъ количествомъ воды, которую присоединяютъ къ вину; колбочку соединяютъ, при помощи каучуковой пробки и трубки съ шариковымъ каплеуловителемъ, съ холодильникомъ; и отгоняютъ спиртъ, употребляя въ качествѣ пріемника тотъ же самый пикнометръ. Если перегоняемое вино сильно вспѣшивается, то въ перегонную колбу бросаютъ небольшое количество танина. Когда перегонится около 35 к. с., пикнометръ наполняютъ водою почти до шейки, побалтываютъ заставляють перемѣняться отогнанный спиртъ съ прибавленной водою, и ставятъ пикнометръ на $\frac{1}{2}$ часа въ воду $15^{\circ} C$.; затѣмъ, при помощи пипетки, оттянутой въ капилляръ, добавляют водою, имѣющей ту же самую температуру 15° , до черты. Пикнометръ насухо обтираютъ пропускной бумагой и взвѣшиваютъ. По удѣльному вѣсу, при помощи таблицы (стр. 181), опредѣляютъ содержаніе спирта. Если вино очень кисло, то въ перегонъ можетъ перейти уксусная кислота, во избѣжаніе чего, вино передъ перегонкой нейтрализуютъ.

При менѣе точныхъ анализахъ можно для опредѣленія удѣльнаго вѣса дистиллата, полученнаго, какъ указано выше, пользоваться небольшимъ точнымъ спиртомѣромъ.

Для болѣе скорого (менѣе точнаго) опредѣленія спирта въ винѣ существуетъ довольно много приборовъ, изъ которыхъ опишемъ эбулляіоскопъ Малиньяна (рис. 53) Въ основу этого прибора положено то обстоятельство, что температура кипѣнія смѣси спирта съ водою ниже температуры кипѣнія чистой воды. Аппаратъ состоитъ изъ латуннаго коническаго сосуда (котла), въ нижней части котораю впаина латушная, согнутая въ видѣ кольца, трубочка *g*. Концы этой трубочки впаины въ коническій сосудъ не на одинаковомъ разстояніи отъ дна послѣдняго. Трубочка *g* подогревается спиртовой лампочкой. Коническій латунный сосудъ закрывается навинчивающейся крышкой, къ которой припаина трубка *R*, окруженная кожухомъ. Въ промежуткѣ между кожухомъ и *R* наливается вода, и сама трубка *R* служитъ обратнымъ холодильникомъ. Затѣмъ, на

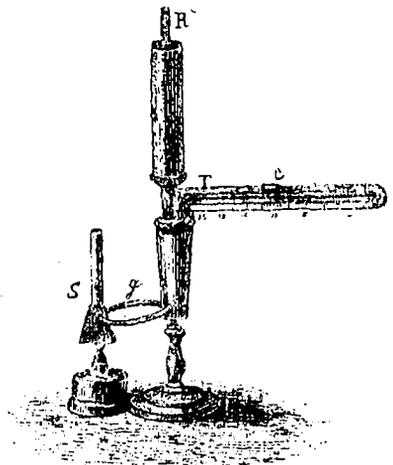


Рис. 53.

крышкѣ же укрѣпленъ согнутый термометръ T , шарикъ котораго погруженъ въ котелъ. Къ термометру присоединена подвижная шкала съ дѣленіями, кромѣ того по шкалѣ можетъ передвигаться указатель e . Дѣленія шкалы показываютъ прямо въ объемныхъ процентахъ содержаніе спирта въ кипищей въ котлѣ жидкости. Самое опредѣленіе производится такъ. Наливаютъ въ коническій сосудъ воды и нагреваютъ ее при помощи спиртовой лампочки, поставленной подъ кольцо. Такъ какъ концы кольца выаны на разномъ уровнѣ, то внутри его идетъ все время токъ нагреваемой жидкости, и вода въ коническомъ сосудѣ быстро закипаетъ. Образующіеся пары конденсируются въ R и обратно стекаютъ въ котелъ. Ртуть термометра расширяется и вскорѣ, затѣмъ, останавливается на нѣкоторой высотѣ, отвѣчающей барометрическому давленію въ моментъ анализа. Тогда отмѣчаютъ это мѣсто указателемъ C и подвигаютъ шкалу такъ, чтобы нуль ея дѣленій приходился какъ разъ на томъ же мѣстѣ. Послѣ этого опредѣленія охлаждають приборъ, воду изъ котла выливаютъ, ополаскиваютъ его изслѣдуемымъ виномъ, наливаютъ внутрь вина и вновь поступаютъ такъ, какъ только что было описано. Мѣсто, гдѣ въ этотъ разъ остановится ртуть, не передвигая шкалы, отмѣчаютъ указателемъ и прямо отсчитываютъ показанія шкалы.

Опредѣленіе экстракта.

Опредѣленіе экстракта, т. е. всего того, что остается послѣ испаренія изъ вина спирта и воды ¹⁾, производится въ зависимости отъ его количества различнымъ образомъ.

Прежде чѣмъ рѣшить вопросъ, по какому способу слѣдуетъ опредѣлять содержаніе экстракта, дѣлають вычисленіе по формулѣ

$$X = 1 + S - S_1,$$

гдѣ S удѣльный вѣсъ вина, S_1 — удѣльный вѣсъ дистиллата полученнаго при отгонкѣ изъ вина спирта (см. выше). Найди x , смотрятъ по таблицѣ Виндиша, приведенной при анализѣ шива, какой величинѣ E отвѣчаетъ x .

Если E не больше 3, то приступаютъ къ прямому опредѣленію экстракта, которое, въ виду летучести глицерина и нѣкоторыхъ продуктовъ разложенія, появляющихся при выпариваніи вина, для полученія сравнимыхъ результатовъ, должно производиться при соблюденіи въ точности всѣхъ мельчайшихъ, ниже указанныхъ, подробностей.

¹⁾ Экстрактъ вина состоитъ главнымъ образомъ изъ нелетучихъ кислотъ (по Рейде молочная кислота при высушиваніи экстракта улетаетъ), глицерина, минеральныхъ веществъ, сахара и др. не изслѣдованныхъ соединений.

Таблица для опредѣленія алкоголя въ винѣ по удѣльному вѣсу отгона при 15.5° С.

Удѣльный вѣс.	Граммовъ алкоголя въ 100 к. с.	% алкоголя объемны.	Удѣльный вѣс.	Граммовъ алкоголя въ 100 к. с.	% алкоголя объемны.	Удѣльный вѣс.	Граммовъ алкоголя въ 100 к. с.	% алкоголя объемны.
0,9995	0,26	0,33	65	8,00	10,09	40	17,58	22,16
90	0,53	0,67	60	8,35	10,52	35	17,98	22,65
85	0,80	1,00	55	8,70	10,96	30	18,37	23,14
80	1,06	1,34	50	9,06	11,41	25	18,76	23,63
75	1,33	1,68	45	9,42	11,86	20	19,14	24,12
70	1,60	2,02	40	9,78	12,32	15	19,53	24,60
65	1,88	2,37	35	10,14	12,78	10	19,91	25,08
60	2,16	2,72	30	10,52	13,25	05	20,28	25,56
55	2,43	3,07	25	10,89	13,72	0,9700	20,66	26,03
50	2,72	3,42	20	11,27	14,20	0,9695	21,03	26,50
45	3,00	3,78	15	11,65	14,68	90	21,40	26,96
40	3,29	4,14	10	12,03	15,16	85	21,76	27,42
35	3,58	4,51	05	12,42	15,65	80	22,12	27,87
30	3,87	4,88	00	12,81	16,14	75	22,47	28,32
25	4,17	5,25	0,9795	13,20	16,64	70	22,82	28,76
20	4,47	5,63	90	13,60	17,14	65	23,17	29,20
15	4,77	6,01	85	14,00	17,64	60	23,52	29,64
10	5,08	6,40	80	14,39	18,14	55	23,86	30,06
05	5,38	6,79	75	14,79	18,64	50	24,19	30,49
00	5,70	7,18	70	15,19	19,14	45	24,53	30,91
0,9895	6,02	7,58	65	15,59	19,65	40	24,85	31,32
90	6,34	7,99	60	15,99	20,15	35	25,18	31,73
85	6,66	8,40	55	16,39	20,65	30	25,50	32,14
80	6,99	8,81	50	16,79	21,16	25	25,82	32,54
75	7,33	9,23	45	17,19	21,66	20	26,13	32,93
70	7,66	9,66						

50 к. с. вина при $15^{\circ} C$. выпариваютъ на сильно кипящей водяной банѣ въ платиновой чашечкѣ, вѣсомъ около 20 гр., вмѣстимостью около 75 к. с., имѣющей плоское дно и верхнее отверстіе діаметромъ 85 миллиметровъ. Чашечка держится надъ кипящей водой при помощи кольца, діаметромъ 60 миллиметровъ. Выпариваніе (не подъ тягой) должно производиться до тѣхъ поръ, пока не получится густая жидкость (приблизительно черезъ 40 минутъ). Съ этого времени выпариваніе производятъ, постоянно наклоняя чашечку то въ ту, то въ другую сторону, заботясь о томъ, чтобы свободная поверхность постоянно обновлялась. Выпариваніе оканчивается тогда, когда оставшаяся горячая еще масса при наклоненіи чашечки не сразу начинаетъ стекать, а только по прошестьи нѣкотораго времени; по охлажденіи, содержимое чашечки совершенно не должно течь. Затѣмъ, обертую пропускной бумагой чашечку переносятъ въ сушильный шкафъ съ двойными стѣнками, между которыми находится уже кипящая вода. Въ сушильномъ шкафу чашка должна находиться $2\frac{1}{2}$ часа, и въ это время шкафъ открывать не слѣдуетъ. По окончаніи указанного выше времени, чашечку съ экстрактомъ покрываютъ стекломъ, быстро переносятъ въ эксиккаторъ, даютъ охладиться и затѣмъ взвѣшиваютъ.

Въ виду большой гигроскопичности высушеннаго экстракта, долго оставлять на вѣсахъ чашку съ экстрактомъ не слѣдуетъ.

Если S больше 3, но меньше 4, то при помощи бюретки отмѣриваютъ въ вышеописанную платиновую чашечку такое количество вина, чтобы экстракта въ немъ было не больше 1,5 гр. и дальше поступаютъ, какъ только что описано.

Если E равно 4 или больше 4, то обыкновенно прямого опредѣленія экстракта не производится, и, такъ какъ E , найденное по таблицѣ Виндина, въ этомъ случаѣ довольно хорошо отвѣчаетъ истинному содержанію экстракта, довольствуются этимъ косвеннымъ опредѣленіемъ.

Опредѣленіе золы.

Опредѣленіе золы производится сжиганіемъ полученнаго по предыдущему экстракта. Сжиганіе нужно производить очень осторожно, особенно при сладкихъ винахъ, ибо содержимое при этомъ сильно вспучивается.

Если выгораніе угля изъ золы идетъ очень медленно, полезно смочить золу чистой, не содержащей минеральныхъ веществъ, перекисью водорода, осторожно выпарить и вновь прокалить. Иногда, при очень сильномъ нагрѣваніи, зола сплавляется, и кусочки угля, не смотря на продолжительное нагрѣваніе, не выгораютъ. Тогда золу обрабатываютъ водой и, наклонивъ чашечку на бокъ, собираютъ угольки къ одной сторонѣ.

Затѣмъ, осторожно, наклоняють чашечку на другую сторону такъ, чтобы растворъ былъ съ одного края, а уголь съ другого. Въ такомъ положеніи чашечка помѣщается на водяную баню, содержимое ея выпаривается и прокаливается. Такъ какъ уголь, который прежде защищался отъ дѣйствія воздуха корочкой расплавленной золы, будетъ, благодаря обработкѣ водой, обнаженъ, выгораніе его произойдетъ теперь легко.

Опредѣленіе общей кислотности.

Такъ какъ вина очень часто содержатъ свободную угольную кислоту, то ихъ приходится передъ опредѣленіемъ общей кислотности освобождать отъ нея. Этого можно достигнуть взбалтываніемъ.

Вмѣсто взбалтыванія можно вино нагрѣть до начала кипѣнія. Нужно при этомъ имѣть въ виду, что, если вино будетъ нагрѣто сильно, чѣмъ до начала кипѣнія, уксусная кислота частью можетъ улетѣть съ водяными парами. Тѣмъ или инымъ способомъ освобожденное отъ угольной кислоты вино для опредѣленія общей кислотности титруютъ ѣдкой щелочью ($\frac{1}{2}$ или $\frac{1}{4}$ норм.). При изслѣдованіи красныхъ винъ конецъ реакціи легко замѣтить по измѣненію окраски, для бѣлыхъ-же конецъ реакціи узнается по окрашиванію чувствительной лакмусовой бумажки, на которую стеклинной палочкой помѣщаютъ каплю титруемой жидкости. Концомъ реакціи считается моментъ, когда покрасившіе перестанетъ появляться. Такую же пробу полезно сдѣлать и при изслѣдованіи красныхъ винъ. Свободныя кислоты (общая кислотность) перечисляются на виннокаменную кислоту.

Опредѣленіе летучихъ кислотъ.

Летучія кислоты опредѣляютъ такъ: 50 к. с. нагрѣваютъ въ колбѣ, заткнутой пробкой съ 2 отверстиями; черезъ одно проходитъ почти до дна стеклянная трубка—*c*, проводящая паръ изъ парообразователя—*b*; въ другое же вставлена согнутая подъ острымъ угломъ другая трубка—*d*, которая пробкой соединяется съ холодильникомъ. (рис. 54). Сначала вино нагрѣваютъ, не пропуская паръ; когда же отгонится около 25 к. с., то гонять дальше съ паромъ, регулируя нагрѣваніе перегонной колбы и пропусканію пара такъ, чтобы объемъ перегоняемой жидкости, по возможности, мало измѣнялся. Отгонъ, когда его наберется 200 к. с., титруютъ ѣдкой щелочью, употребляя въ качествѣ индикатора фенолфталеинъ. Потраченное количество щелочи перечисляютъ на уксусную кислоту. Количество нелетучихъ кислотъ опредѣляется изъ разности между первымъ и вторымъ опредѣленіемъ. Можно также и прямо опредѣлить нелетучія кислоты титрованіемъ остатка.

1 к. с. $\frac{1}{4}$ нормального $KON=0,01875$ гр. $C_4H_6O_6$ (нормальн. $=0,075$ гр).
 1 к. с. $\frac{1}{10}$ нормального $KON=0,006$ гр. $C_2H_4O_2$.

Определеіе глицерина.

А) Въ вишь, содержащемъ менше 2 гр. сахара на 100 к. с. 100 к. с. вина выпариваютъ въ фарфоровой чашкѣ до 10 к. с., остатокъ смѣшиваютъ съ 1 гр. песку и, прибавивъ столько известковаго (40% $Ca(OH)_2$) молока, чтобы его на 1 гр. экстракта приходилось 1,5—2 к. с., выпариваютъ почти досуха. Влажный остатокъ смачивается 5 к. с. спирта (96% объем.); частицы вещества, приставшія къ стѣнкамъ чашки, откабливаются шпателемъ, и всю массу растираютъ съ небольшимъ количествомъ 96% спирта маленькимъ пестикомъ въ тонкую кашицу. Пестикъ обмывается спиртомъ. При постоянномъ помѣшиваніи, нагреваютъ чашку на во-

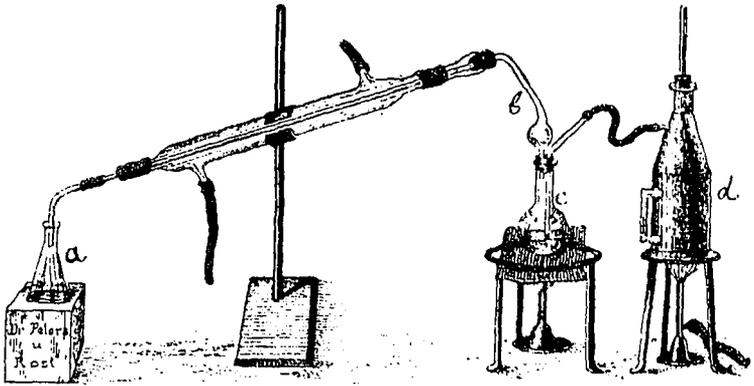


Рис. 51.

дяной банѣ до начала кипѣнія спирта, и мутный спиртовый растворъ черезъ маленький фильтръ сливаютъ въ мѣрную колбу (100 к. с.). Оставшіяся въ чашкѣ остатки вновь обрабатываютъ 96% спиртомъ, который затѣмъ сливаютъ въ ту же колбу. Эту операцію повторяютъ до тѣхъ поръ, пока колба не наполнится. Затѣмъ, охладивъ спиртовую вытяжку до 15° и наполнивъ колбу спиртомъ же до черты, отфильтровываютъ черезъ сухой складчатый фильтръ 90 к. с. въ мѣрный цилиндръ. Фильтратъ выпариваютъ на водяной банѣ, стараясь, чтобы спиртъ не кипѣлъ. Остатокъ отъ выпариванія обрабатываютъ небольшимъ количествомъ абсолютнаго спирта, переливаютъ растворъ въ стеклянный цилиндръ съ припаянной пробкой, а чашку опаласкиваютъ небольшимъ количествомъ абсолютнаго спирта. Всего спиртовой жидкости набирается 15 к. с. Къ спиртовому раствору 3 раза прибавляютъ по 7,5 к. с. абсолютнаго эфира, каждый разъ тщательно перемалываютъ. Заткнувъ цилиндръ пробкой, оставляютъ

стоять до полного осветлѣнія спирто-эфирнаго раствора. Затѣмъ, растворъ сливаютъ во взвѣшенный стаканчикъ съ припаянной пробкой. Цилиндръ ополаскиваютъ 5 к. с. смѣсью спирта (1 объемъ) и эфира ($1\frac{1}{2}$ объема) и, осторожно нагревая стаканчикъ на водяной банѣ, выпариваютъ растворъ до тѣхъ поръ, пока онъ не станетъ густымъ. Высушивъ его окончательно въ сушильномъ шкафу съ кипящей водой (см. опред. экстракта) и охладивъ въ эвекаторѣ, взвѣшиваютъ. Если привѣсъ стаканчика a , то $x = 1,111a$ гр. глицерина въ 100 к. с. вина.

В) Въ винѣ, содержащемъ 2 и болѣе граммовъ сахара въ 100 к. с. 50 к. с. вина нагреваютъ на водяной банѣ въ большой колбѣ, прибавляютъ 1 гр. песку и столько известкового молока, чтобы сначала потемнѣвшая смѣсь опять посветлѣла, и появился бы характерный запахъ щелочи. Смѣсь затѣмъ нагреваютъ на водяной банѣ, постоянно побалтывая. По охлажденіи прибавляютъ 100 к. с. 96% спирта, даютъ отстояться образовавшемуся осадку, спиртовый растворъ отфильтровываютъ, а осадокъ промываютъ 96% спиртомъ. Фильтратъ выпариваютъ, и поступаютъ дальше, какъ указано выше.

Если привѣсъ стаканчика a , то $X = 2,222a$ граммовъ глицерина въ 100 к. с. вина.

Такъ какъ съ одной стороны глицеринъ летучъ, а съ другой стороны спиртъ и эфиръ, кромѣ глицерина растворяютъ и другія вещества, то для полученія сравнимыхъ результатовъ при опредѣленіи глицерина необходимо строго слѣдовать всѣмъ сдѣланнымъ выше указаніямъ.

Опредѣленіе сахара.

Опредѣленіе сахара получается точнымъ только въ томъ случаѣ, если растворъ его будетъ не крѣоче, чѣмъ въ 1%. Поэтому вино передъ опредѣленіемъ сахара часто приходится соответствующимъ образомъ разбавлять. Для приблизительнаго сужденія о томъ, во сколько разъ нужно разбавить вино, пользуются числомъ, полученнымъ для экстракта, вычитая изъ него 2, при чемъ разность округляютъ до цѣлаго числа. Если напр., найдено экстракта 4,77, то разбавить нужно въ $4,77 - 2 = 2,77$ разъ или круглымъ числомъ въ 3 раза. Для этого въ колбу въ 100 к. с. приливаютъ изъ бюретки 33,3 к. с. вина и добавляют до 100 к. к. водою. Если количество экстракта менѣе 2, то вино не разбавляютъ.

100 к. с. вина, не разбавленнаго или разбавленнаго, какъ только что указано, помѣщаютъ въ фарфоровую чашку, и точно нейтрализуютъ фдкюй щелочью. Если по неосторожности прибавленъ избытокъ щелочи, то его уничтожаютъ нѣсколькими каплями соляной кислоты и вновь нейтрализуютъ до строго нейтральной реакціи. Точность нейтрализаціи необ-

ходима въ силу того, что при избыткѣ щелочи виноградный сахаръ осмолѣется, а при избыткѣ кислоты тростниковый сахаръ инвертируется. Нейтрализованное вино выпариваютъ на водяной банѣ до 25 к. с. Для удаленія дубильныхъ и красящихъ веществъ къ лишенному спирта остатку прибавляютъ 5—10 гр. животнаго угля, тщательно перемѣшиваютъ смѣсь стеклянной палочкой при нагреваніи и фильтруютъ въ мѣрную колбу въ 100 к. с. Животный уголь промываютъ горячей водой до тѣхъ поръ, пока фильтрата не наберется около 100 к. с. Затѣмъ, къ фильтрату прибавляютъ 3 капли насыщеннаго раствора соды, взбалтываютъ и добавляютъ водой до черты. Если фильтратъ отъ соды замутится, то жидкости даютъ постоять часа 2 и затѣмъ фильтруютъ. Фильтратъ служитъ для опредѣленія инвертированнаго и тростниковаго сахара.

Для опредѣленія инвертированнаго сахара берутъ 25 к. с. этой жидкости. Опредѣленіе см. изслѣд. сахара.

Для опредѣленія тростниковаго сахара 50 к. с. приготовленнаго, какъ только-что указано, раствора помѣщаютъ въ колбу приблизительно въ 100 к. с., точно нейтрализуютъ соляной кислотой и, прибавивъ еще 5 к. с. 10% соляной кислоты, нагреваютъ $\frac{1}{2}$ часа въ кипящей водяной банѣ, точно нейтрализуютъ содой, выпариваютъ до 40 к. с., переносятъ въ мѣрную колбу въ 50 к. с., добавляютъ водой до черты и вновь опредѣляютъ количество инвертированнаго сахара употребляя для этого 25 к. с. жидкости.

Если *a* количество инвертированнаго сахара въ 100 к. с. вина до инверсии при помощи соляной кислоты (найденно при первомъ опредѣленіи), *b* колич. инвертированнаго сахара въ 100 к. с. послѣ инверсии соляной кислотой, *x* количество тростниковаго сахара въ 100 гр. вина, то

$$x = 0,95 (b - a) \text{ гр.}$$

Поляризація.

Отношеніе изслѣдуемаго вина къ поляризованному свѣту испытывается только въ большихъ, очень точныхъ аппаратахъ, при помощи которыхъ можно отсчитывать $\frac{1}{10}$ градуса. Найденную величину относить къ трубкѣ, длиной въ 200 миллим. Опредѣленіе производится при 15° С.

Если изслѣдованію подвергается бѣлое вино, то 60 к. с. точно нейтрализованнаго вѣдкой щелочью вина выпариваютъ на водяной банѣ до $\frac{1}{3}$. Добавляютъ водой до прежняго объема и прибавляютъ 3 к. с. свицоваго уксуса. Осадокъ, появившійся при этомъ, отфильтровывается. Къ 31,5 к. с. фильтрата прибавляютъ 1,5 к. с. насыщеннаго раствора Na_2CO_3 или Na_2SO_4 , осадокъ отфильтровываютъ, а фильтратъ поляризуютъ. Найденную величину увеличиваютъ на $\frac{1}{10}$.

риваютъ (лучше отогнать предварительно большую часть спирта) досуха и остатки растворяютъ въ 10 к. с. воды. Прибавивъ 2—3 гр. животного угля, смоченнаго водою, тщательно размѣиваютъ стеклянной палочкой, отфильтровываютъ обезцвѣченную жидкость въ мѣрный цилиндръ и промываютъ уголь горячей водою до тѣхъ поръ, пока фильтратъ не наберется 30 к. с. По охлажденіи до 15° фильтратъ поляризуютъ. Если онъ показываетъ правое вращеніе болѣе, чѣмъ 0,5°, то въ винѣ находится непребродившій крахмальный сахаръ. Если же вращеніе точно 0,5° или только немного выше или ниже этого числа, то животный уголь вновь промываютъ горячей водою до тѣхъ поръ, пока охлажденнаго до 15° фильтрата не наберется 30 к. с. Найденное при поляризаціи этого фильтрата, правое вращеніе прибавляется къ прежнейденной величинѣ; если эта прибавка будетъ болѣе $\frac{1}{5}$ первоначальнаго вращенія, то обработку животного угля горячей водою повторютъ еще разъ и вновь поляризуютъ растворъ.

Проба на гумми и декстрины.

Къ 4 к. с. вина прибавляютъ 10 к. с. спирта 96°. Если при этомъ появится только муть, осѣдающая въ видѣ хлопьевъ, то это служитъ признакомъ отсутствія декстрина и гумми. Если же появится обильный тягучій осадокъ, частью осѣдающій на дно, частью остающійся на стѣнкахъ, то слѣдуетъ сдѣлать слѣдующую пробу.

100 к. с. вина выпариваютъ до 5 к. ст. и прибавляютъ при побалтываніи 90% (объемн.) спирта до тѣхъ поръ, пока будетъ появляться осадокъ. Черезъ 2 часа осадокъ отфильтровываютъ, растворяютъ въ 30 к. с. воды и нагреваютъ въ теченіи 3 часовъ въ кипящей водной банѣ съ 1 к. с. HCl , уд. в. 1,12. Чтобы концентрація кислоты не мѣнялась, колбу съ изслѣдуемымъ веществомъ закрываютъ пробкой, въ которую вставлена открытая съ обонхъ концовъ стеклянная трубка, высотой около метра. Трубка эта играетъ роль холодильника. По охлажденіи жидкость доводятъ до щелочной реакціи содой и затѣмъ опредѣляютъ образовавшійся сахаръ, какъ указано на стр. 143.

Въ отсутствіи декстрина и гумми получаютъ только едва замѣтные слѣды закиси мѣди.

Для того, чтобы рѣшить, что прибавлено къ вину, декстрины или гумми, растворяютъ въ водѣ осадокъ, который образовался при прибавленіи къ вину спирта. Полученный растворъ въ случаѣ присутствія декстрина вращаетъ плоскость поляризаціи вправо, въ случаѣ же присутствія гумми—влѣво. Затѣмъ, свинцовый уксусъ въ растворѣ гумми производитъ осадокъ, декстрины же свинцовымъ уксусомъ не осаждаются.

Определение дубильныхъ веществъ.

Для приблизительнаго количественнаго опредѣленія дубильныхъ веществъ въ винѣ пользуются обыкновенно способомъ Песселера и Барта, основаннымъ на измѣреніи объема чернаго осадка дубильнокислой окиси желѣза. Для измѣренія объема употребляется особая калиброванная трубочка (рис. 54), нижняя часть которой имѣетъ малый диаметръ и раздѣлена на сотыя доли кубическаго сантиметра.

Для самаго опредѣленія 12 к. с. вина взбалтываютъ съ 30 к. с. спирта. Когда образовавшійся осадокъ пектиновыхъ веществъ осядетъ, изъ этой смѣси отфильтровываютъ 35 к. с., что отвѣчаетъ 10 к. с. назъдуемаго вина, фильтратъ вынариваютъ до 6—7 к. с. и разбавляютъ его водой до 10 к. с. Затѣмъ, полученный растворъ переливаютъ въ калиброванную трубочку (рис. 54), прибавляютъ туда 1 к. с. 40% раствора уксуснокислаго натрія и по каплямъ 10% раствора хлорнаго желѣза до тѣхъ поръ, пока еще образуется осадокъ, послѣ чего оставляютъ въ покоѣ на 24 часа. Затѣмъ, измѣряютъ объемъ полученнаго осадка и по ниже слѣдующей таблицѣ находятъ содержаніе дубильныхъ веществъ.



Черт. 54.

Куб. сант. осадка.	% дубильн. веществъ.	Куб. сант. осадка.	% дубильн. веществъ.	Куб. сант. осадка.	% дубильн. веществъ.
0,1	0,003	0,7	0,023	4,0	0,13
0,2	0,007	0,8	0,027	5,0	0,17
0,3	0,010	0,9	0,030	6,0	0,20
0,4	0,013	1,0	0,033	9,0	0,30
0,5	0,017	2,0	0,066	12,0	0,40
0,6	0,020	3,0	0,10		

Если вино содержитъ дубильныхъ веществъ больше 0,05%, то иногда осадокъ дубильнокислой окиси желѣза осѣдаетъ съ трудомъ. Въ такомъ случаѣ вино слѣдуетъ передъ опредѣленіемъ разбавить такъ, чтобы дубильныхъ веществъ въ немъ было бы не больше 0,05%.

Въ бѣлыхъ винахъ дубильныхъ веществъ бываетъ 0,01—0,03%, въ красныхъ же оно доходитъ до 0,05—0,1% и даже больше.

При большомъ, содержаніи дубильныхъ веществъ, вмѣсто вышеописанной трубочки, можно для ихъ опредѣленія пользоваться мѣрнымъ цилиндромъ въ 25 к. с.

Определение сѣрной кислоты.

Для определения сѣрной кислоты къ 50 к. с. (въ случаѣ малаго ея содержанія берутъ 100 к. с.) вина, нагрѣтаго на сѣтъѣ до кипѣнія и подкисленнаго соляной кислотой, прибавляютъ по каплямъ раствора хлористаго барія. Вместе съ $BaSO_4$ при этомъ осаждаются и другія вещества, почему осадокъ бываетъ краснаго цвѣта. После высушиванія сѣрнико-кислый барій прокалываютъ при полномъ доступѣ воздуха.

Определение хлора.

50 к. с. вина въ стаканѣ пересыщаютъ растворомъ соды и, покрывъ часовымъ стекломъ, нагрѣваютъ до прекращенія выдѣленія пузырьковъ угольнаго ангарида. Затѣмъ, содержимое стакана выпариваютъ въ платиновой чашкѣ до суха и прокалываютъ такъ, какъ указано при опредѣленіи золы. Оставшійся после прокалыванія остатокъ смачиваютъ нѣсколькими каплями азотной кислоты и извлекаютъ растворимыя соли горячей водой. Въ профильтрованной вытяжкѣ опредѣляютъ хлоръ обычнымъ способомъ.

Определение фосфорной кислоты.

Для опредѣленія фосфорной кислоты въ винѣ пользуются иногда золой, полученной при сжиганіи экстракта. Такой способъ опредѣленія фосфорной кислоты нельзя считать вполне надежнымъ, потому что при озоленіи экстракта, благодаря присутствію большого количества органическаго вещества возможно возстановленіе фосфорной кислоты до фосфора, и вслѣдствіе этого нѣкоторая ея потеря.

Лучше опредѣленіе это вести такъ. 50 к. с. вина обрабатываютъ въ платиновой чашкѣ 0,5—1 гр. смѣси изъ одной части селитры и 3 ч. соды, выпариваютъ до пустоты епруовъ и остатокъ отъ выпариванія осторожно обугливаютъ. Полученный продуктъ, выщелачиваютъ разбавленной азотной кислотой, отфильтровываютъ отъ угля; уголь сжигаютъ вместе съ фильтромъ и полученную золу выщелачиваютъ азотной кислотой. Полученный растворъ после фильтрованія присоединяютъ къ преже полученному фильтрату и осаждаютъ изъ него фосфорную кислоту. Для этого къ нему прибавляютъ 25 к. с. молибденовой жидкости (150 гр. молибденовокислаго аммонія растворяется въ 1000 к. с. 1^o/₁₀ амміака), 25 к. с. азотной кислоты уд. в. 1,2 и нагрѣваютъ на водяной банѣ до 80°. Оставивъ стоять смѣсь въ тепломъ мѣстѣ въ теченіе 6 часовъ, отфильтровываютъ выдѣлившійся желтый осадокъ, промываютъ его нѣсколько разъ смѣсью изъ 100 объемовъ молибденовой жидкости, 200 объемовъ азотной кислоты уд.

в. 1,2 и 80 объемовъ воды. Промытый осадокъ растворяютъ въ тепломъ крѣпкомъ амміакѣ, амміачный растворъ нейтрализуютъ соляной кислотой до появленія трудно растворяющейся мутн, которую вновь растворяютъ въ одной, двухъ капляхъ амміака; къ амміачному раствору прибавляютъ 6 к. с. магнезіальной смѣси и 5 к. с. амміака. Черезъ сутки выдѣлившійся осадокъ промываютъ смѣсью изъ 1 ч. 10% амміака и 3 ч. воды. Затѣмъ, осадокъ высушивается, прокаливается и взвѣшивается. По количеству полученнаго пиррофосфорнокислаго магнія $Mg_2P_2O_7$ находятъ количество фосфорнаго ангидрида P_2O_5 .

Опредѣленіе азотной кислоты.

Для открытія азотной кислоты въ фарфоровую чашку наливаютъ нѣсколько капель раствора дифениламина въ сѣрной кислотѣ (0,5 гр. дифениламина, 100 к. с. крѣпкой сѣрной кислоты, 20 к. с. воды) и, затѣмъ, нѣсколько капель вина. Синяя окраска укажетъ на присутствіе азотной кислоты. Красное вино предварительно необходимо обезцвѣтить животнымъ углемъ.

Количественное опредѣленіе азотной кислоты производится по способу Шульце-Тимана (см. анализъ воды).

Опредѣленіе азота.

Азотъ въ винѣ опредѣляется по способу Кьельдаля, для чего 50 к. с. вина помѣщаютъ въ кьельдалевскую колбу, прибавляютъ туда 10 к. с. крѣпкой сѣрной кислоты и одну маленькую каплю ртути. Затѣмъ, осторожно колба нагревается на голомъ огнѣ до полного обѣщцвѣчивания. Послѣ этого поступаютъ такъ, какъ указано на стр. 151.

Опредѣленіе металловъ.

Опредѣленіе щелочей, щелочныхъ земель (кальція, магнія) алюминія и др. металловъ производится обычнымъ способомъ пѣ золѣ, полученной при сжиганіи экстракта.

Открытіе консервирующихъ веществъ.

Испытаніе на присутствіе консервирующихъ веществъ особенно желательно при изслѣдованіи такихъ винъ, которыя при среднемъ содержаніи спирта имѣютъ большое количество сахаристыхъ веществъ.

Открытіе салициловой кислоты. 50 к. с. вина, къ которому прибавлено 5 капель разбавленной сѣрной кислоты, взбалтываютъ съ 50 к. с. смѣси изъ равныхъ частей обыкновеннаго и петролейнаго эфира.

Отдѣленный отъ вина эфирный слой осторожно испаряютъ и полученный остатокъ растворяютъ въ водѣ. Если къ этому водному раствору прибавить каплю разбавленнаго раствора хлорнаго желѣза, то, въ случаѣ присутствія салициловой кислоты, появляется фіолетовое окрашиваніе.

Если изслѣдованію подвергается вино, содержащее большое количество танина, то его передъ испытаніемъ подвергаютъ фракціонированной перегонкѣ, при чемъ собираются фракціи величиной каждая приблизительно въ четверть взятаго для перегонки вина. Третья фракція служитъ для испытанія, по предыдущему, на салициловую кислоту.

Открытие борной кислоты. Вино дѣлаютъ щелочнымъ при помощи соды и потомъ озолютъ. Золу растворяютъ въ разбавленной соляной кислотѣ и растворъ испытываютъ куркумовой бумажкой. Если бумажка послѣ высушиванія будетъ имѣть красно-бурое окрашиваніе, которое при смачиваніи бумажки щелочью переходитъ въ зеленое или голубое, то это указываетъ на присутствіе въ винѣ борной кислоты.

Открытие сахара и дульцина.

Вино подкисляютъ фосфорной кислотой и взбалтываютъ съ эфиромъ. Если по испареніи эфирной вытяжки останется сладкій остатокъ, то это служитъ указаніемъ на присутствіе сахара или дульцина въ винѣ.

Изслѣдованіе вина на искусственные красящія вещества.

Красныя вина подкрашиваются иногда искусственными (анилиновыми и др.) красками. Присутствіе искусственной краски узнаютъ такъ: 50—100 к. с. вина и 5—10 к. с. 10% раствора K_2SO_4 , кипятятъ съ 3—4 бѣлыми шерстяными нитками, програвленными предварительно квасцами и уксуснокислымъ натромъ, въ теченіе 10 минутъ. Затѣмъ шерсть промываютъ водой. Если въ винѣ находится краска, то шерсть принимаетъ болѣе или менѣе интенсивный красный цвѣтъ. Нужно, впрочемъ, замѣтить, что и чистое красное вино иногда слабо окрашиваетъ шерсть. Если окрашенную такимъ образомъ шерсть обработать амміакомъ, то въ присутствіи искусственной краски цвѣтъ не измѣняется или, если и измѣняется въ желтый, то послѣ промывки водой, окраска возобновляется. Шерсть, окрашенная нефальсифицированнымъ виномъ, отъ амміака дѣлается грязнаго зеленоватаго цвѣта.

Проба на фуксинъ. 20 к. с. вина смѣшиваютъ съ 10 к. с. свиного уксуса и фильтруютъ; фильтратъ взбалтываютъ съ амиловымъ спиртомъ. Амиловый спиртъ окрашивается въ красный цвѣтъ въ случаѣ

присутствія фуксина. Повѣрочную реакцію производятъ такъ: вино пересыщаютъ амміакомъ и взбалтываютъ его съ эфиромъ. При испареніи эфирной вытяжки, подкисленной уксусной кислотой, въ фарфоровой чашкѣ получается остатокъ краснаго цвѣта.

Проба на азо-краски. 10 к. с. вина взбалтываютъ съ 10 к. с. насыщеннаго на холоду раствора сулемы, прибавляютъ около 1 куб. сантиметра кали, уд. в. 1,27, вновь взбалтываютъ и затѣмъ фильтруютъ черезъ мокрый фильтръ. Если отъ прибавленія къ прозрачному фильтрату уксусной кислоты появляется красное окрашиваніе, то это указываетъ на присутствіе азо-красокъ.

Обсужденіе результатовъ анализа вина.

Прежде чѣмъ приступить къ разсмотрѣнію того, какъ на основаніи полученныхъ результатовъ анализа вина можно вывести заключеніе объ его качествѣ, остановимся на тѣхъ поддѣлкахъ, какія чаще встрѣчаются.

Шантализированіе примѣняется тогда, когда, вслѣдствіе холоднаго и дождливаго лѣта виноградный сокъ содержитъ мало сахара и много кислотъ, главнымъ образомъ, яблочной, и состоитъ въ томъ, что избытокъ кислоты нейтрализуется чистымъ мраморомъ, а недостатокъ сахара покрывается прибавленіемъ тростниковаго сахара. Если эти операціи были произведены надлежащимъ образомъ, то вино получается хорошаго качества, и шантализированіе въ такомъ случаѣ можетъ не считаться поддѣлкой. Иногда же, вслѣдствіе слишкомъ большого количества прибавленнаго мрамора, значительное количество известковыхъ солей остается въ винѣ, что отражается на вкусѣ. Точно также часто вмѣсто чистаго тростниковаго сахара прибавляютъ крахмальный сахаръ, содержащій въ себѣ примѣсь постороннихъ, не способныхъ къ броженію, веществъ (декстрина).

Галлизированіе преслѣдуетъ ту же цѣль, какъ и шантализированіе, но производится иначе. При галлизированіи сусло изъ незрѣлаго (содержащаго много кислотъ) винограда разбавляется водой до тѣхъ поръ, пока содержаніе кислотъ въ немъ не сдѣлается нормальнымъ¹⁾, и затѣмъ, прибавляется сахаръ до нормальнаго его содержанія. Такъ какъ при галлизированіи часть сока замѣняется водой, то его легко открыть по большому уменьшенію минеральныхъ составныхъ частей вина (глав. обр. фосфорной кислоты, калия и магнія). Часто галлизированіе можно об-

¹⁾ Принимается, что нормальный виноградный сокъ содержитъ воды 75,4%, сахара 24,0% и кислотъ 0,6%.

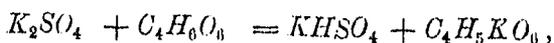
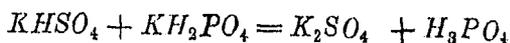
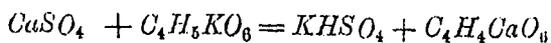
наружить по присутствію въ винѣ хлора и азотнокислыхъ солей, которые попали въ вино вслѣдствіе разбавленія его обыкновенной рѣчной или колодезной водой. Если вмѣсто тростниковаго сахара берется при галлизированіи крахмальный сахаръ, то въ винѣ можно обнаружить присутствіе декстрина.

Петіотизированіе состоитъ въ томъ, что виноградныя выжимки, содержащія още значительное количество дубильныхъ и друг. веществъ, обливаютъ растворомъ сахара и подвергаютъ броженію. Полученный при этомъ продуктъ очень похожъ на настоящее вино; различіе заключается главнымъ образомъ въ томъ, что такое вино содержитъ небольшое количество экстракта и кислотъ. Если вмѣсто тростниковаго сахара взять бѣлый крахмальный, то въ винѣ будетъ находиться декстринъ.

Шеелизированіе заключается въ прибавленіи къ вину 1—3% глицерина. Открытіе этой поддѣлки производится на томъ основаніи, что у шеелизированнаго вина отношеніе между количествомъ глицерина и спирта не нормально. Такъ какъ часто при шеелизированіи пользуются нечистымъ, продажнымъ глицериномъ, содержащимъ нѣрѣдко вредныя металлы, то шеелизированное вино можетъ быть ядовито.

Разбавленіе вина водой и послѣдующее слабреніе спиртомъ является самымъ распространеннымъ способомъ поддѣлки винъ. Этотъ способъ поддѣлки узнается по малому содержанию экстракта, кислотъ и золы сравнительно съ натуральнымъ виномъ, въ то время, какъ содержаніе спирта въ такомъ винѣ нормально. Но такъ какъ такое сравненіе можно произвести только въ томъ случаѣ, когда извѣстно происхожденіе вина, то при изслѣдованіи винъ неизвѣстнаго происхожденія можно встрѣтить большія затрудненія. Нѣсколько облегчается рѣшеніе этого вопроса тѣмъ, что разбавленіе водой почти всегда сопровождается подкрашиваніемъ.

Гипсованіе вина состоитъ въ томъ, что къ молодому вину прибавляютъ гипсъ съ цѣлью улучшить цвѣтъ вина, ускорить его освѣтленіе и предохранить его отъ болѣзней. Такъ какъ гипсъ реагируетъ съ находящимися въ винѣ виннокислыми и фосфорнокислыми солями калия по слѣд. уравн.



по послѣ гипсованія въ винѣ оказывается большое количество кислаго сѣрнокислаго калия.

Такъ какъ кислый сѣрнокислый калий очень вредно дѣйствуетъ на организмъ, то гипсованіе въ нѣкоторыхъ государствахъ не дозволяется.

Такъ, во Франціи, Германіи и Швейцаріи воспрещена продажа вина, въ литрѣ котораго содержится болѣе 2 гр. кислаго сѣрниокислаго калия. Сильно гипсованныя вина обрабатываются иногда для удаленія избытка сѣрной кислоты солями барія и стронція. Все эти приемы, имѣющіе цѣлью скрыть гипсованіе вина, обыкновенно ухудшаютъ его качества.

Квасцеваніе вина преслѣдуетъ ту же цѣль, что и гипсованіе. Квасцеваніе открывається по повышенному содержанию алюминія въ испытуемомъ винѣ.

Большую пользу при рѣшеніи вопроса о томъ, фильсифицировано-ли вино, или нѣтъ, могли бы принести нормы для состава натуральныхъ винъ. Къ сожалѣнію, такихъ нормъ, общихъ для всехъ мѣстностей, гдѣ получается вино, вывести нельзя, потому что составъ вина сильно мѣняется въ зависимости отъ почвы, погоды, ухода и т. п.

Въ общихъ чертахъ, впрочемъ, можно отмѣтить, что чистыя виноградныя вина содержатъ спирта отъ 5 до 14 гр. на 100 к. с. или отъ 6,2 до 17,2 по объему. Естественнымъ путемъ, т. е. броженіемъ сахара, въ винѣ не можетъ образоваться болѣе 14,6% по вѣсу или 18% по объему спирта, поэтому болѣе содержаніе спирта указываетъ, что онъ былъ нарочно прибавленъ къ вину. Слабыя столовыя вина содержатъ 8—11% (об.) болѣе крепкія пѣвкныя вина 11—13% (об.), очень крепкія 14—15% (об.) и десертныя крепкія 16—18% (об.).

Экстракта въ цѣлыхъ столовыхъ винахъ бываетъ 1,4—2%, въ красныхъ—1,5—3,0%, въ сладкихъ 3—10%. Вообще, болѣе крепкія вина богаче экстрактомъ, и существуетъ нѣкоторое соотношеніе между содержаніемъ спирта и экстракта въ винѣ. Обыкновенно содержаніе экстракта въ граммахъ на литръ приблизительно вдвое болѣе вѣсовыхъ градусовъ спирта. Такъ, въ легкихъ винахъ съ 5—8% (вѣс.) спирта содержится экстракта 1,4—1,7 гр., въ среднихъ съ содержаніемъ спирта 8—11% (вѣс.) экстракта 1,7—2,5 гр., и въ крепкихъ содержаніе экстракта доходитъ до 3 гр. Въ красныхъ винахъ (не гипсованныхъ и не подделанныхъ) содержаніе спирта превышаетъ количество экстракта не болѣе, чѣмъ въ $4\frac{1}{2}$ раза, въ бѣлыхъ—не болѣе, чѣмъ въ $6\frac{1}{2}$ разъ. Зная эти соотношенія, иногда удается обнаружить спиртованіе вина и разбавленіе его водой.

По постановленію Schweiz. Verein analyt. Chem. красныя вина, въ которыхъ содержаніе экстракта (за вычетомъ сахара) менѣе 17 гр. на литръ и бѣлыя вина, въ которыхъ экстракта меньше 14 гр. считаются фальсифицированными, если не доказано, что чистыя вина, взятая изъ той же мѣстности и того же года, отличаются малымъ содержаніемъ экстракта.

Концентрированное ¹⁾ сладкое вино должно содержать въ литрѣ самое меньшее 25 гр., венгерское сладкое 35 гр. экстракта за вычетомъ сахара.

Общая кислотность въ винѣ колеблется между 0,45 и 1,5 гр. (обыкновенно 0,6—0,8 гр. при расчетѣ на виннокаменную кислоту). Существуетъ зависимость между содержаниемъ спирта и кислотностью вина: сумма двухъ чиселъ 1) объемныхъ процентовъ спирта и 2) граммовъ свободныхъ кислотъ, перечисленныхъ на сѣрную кислоту, въ литрѣ никогда не бываетъ ниже 12,5. Имѣя въ виду эту зависимость, можно обнаружить разбавленіе вина водой. Въ концентрированныхъ сладкихъ винахъ въ литрѣ бываетъ не меньше 2,5 гр. летучихъ кислотъ.

Летучихъ кислотъ въ неиспорченномъ винѣ не бываетъ больше 0,2 гр. на 100 к. с., въ сладкихъ винахъ количество ихъ можетъ доходить до 0,25⁰/₀, считая на уксусную кислоту.

Количество глицерина находится въ зависимости отъ количества спирта: на 100 вѣсовыхъ частей спирта приходится обыкновенно 7—14 вѣсовыхъ частей глицерина. Опредѣленіе этого отношенія при изслѣдованіи винъ очень важно и даетъ возможность судить о чистотѣ вина.

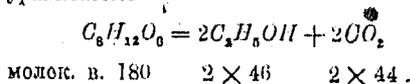
Количество сахара въ хорошо перебродившихъ винахъ (столовыхъ) бываетъ 0,1—0,2⁰/₀, въ молодыхъ винахъ оно доходитъ до 1⁰/₀, а въ сладкихъ до 18—20⁰/₀.

Опредѣленіе сахара въ винѣ даетъ возможность обнаружить его спиртованіе. Обыкновенно въ 1000 к. с. винограднаго сока находится не больше 325 гр. сахара. Поэтому, опредѣливъ въ винѣ содержаніе спирта, перечисляютъ послѣдній на сахаръ (т. е. умножаютъ вѣсовые его проценты на 2 ²⁾). Сложивъ полученную такимъ образомъ величину съ найденнымъ содержаніемъ сахара, смотрятъ, не получилась-ли она болѣе 325. Если она больше, то въ вино былъ прибавленъ спиртъ.

Количество минеральныхъ веществъ (зола) въ чистыхъ винахъ бываетъ 0,14—0,35 гр. на 100 к. с.; ихъ количество составляетъ приблизительно 10⁰/₀ содержанія экстракта (за вычетомъ сахара). Красная вина, содержащая менѣе 1,6 гр. и бѣлыя вина, содержащая менѣе 1,3 гр. минеральныхъ веществъ на литръ, считаются, по постановленію Schweiz.

¹⁾ Концентрированными винами (ликерными) наз. вина, полученные при броженіи сока изъ подсушеннаго на лозахъ винограда или изъ обыкновеннаго винограднаго сока, только сгущеннаго выпариваніемъ.

²⁾ Для вычисленія по спирту того количества сахара, изъ котораго онъ получился, пользуются уравненіемъ



Veselin an. Ch., поддѣльными, если не доказано, что вино данной мѣстности и того же года отличается малымъ содержаніемъ минеральныхъ веществъ.

Что касается содержанія въ золѣ отдѣльныхъ составныхъ частей, то оно подвержено значительнымъ колебаніямъ. По Кеннуну окиси калия бываетъ 25,0—60,0%, окиси кальція 2,0—22,0%, окиси магнія 2,0—15,0%, фосфорнаго ангидрида 7,0—25,0%, сѣрнаго анг. 3,8—25,0%, хлора 1,0—7,0%. Чаше составъ золы выражается слѣдующими цифрами K_2O —40,0%, Na_2O —2,5%, CaO —5,5%, MgO —6,5%, Fe_2O_3 —0,4%, P_2O_5 —14,5%, SO_3 —10,5%, SiO_2 —3,0%, Cl —3,5%. Эти цифры относятся къ золѣ, содержащей углекислыя соли.

Содержаніе азота въ чистыхъ столовыхъ винахъ рѣдко опускается ниже 0,007 гр. на 100 к. с. и можетъ доходить до 0,135 гр., въ сладкихъ винахъ оно больше и доходить до 0,28.

Азотная кислота въ чистыхъ винахъ бываетъ очень рѣдко.

Вина, которыя содержатъ больше 0,92 гр. сѣрной кислоты, что отвѣчаетъ 2 гр. K_2SO_4 въ литрѣ, считаются чрезмѣрно гипсованными.

Въ концентрированныхъ сладкихъ винахъ должно быть самое меньшее 0,2 гр., а въ венгерскихъ сладкихъ винахъ не менѣе 0,5 гр. P_2O_5 на литрѣ.

Присутствіе въ винѣ консервирующихъ веществъ считается недопустимымъ.

П и в о

Пивомъ называется напитокъ, приготовленный изъ солода, хмеля, дрожжей и воды при помощи процессовъ осахариванія и спиртового броженія.

Пиво, подлежащее изслѣдованію, доставляется въ лабораторію въ количествѣ около 1 литра и должно находиться въ полныхъ, запечатанныхъ бутылкахъ. Анализъ его долженъ быть произведенъ возможно скорѣе послѣ его доставки въ лабораторію. Доставленное въ лабораторію пиво необходимо сохранять во льду, въ темномъ мѣстѣ.

При изслѣдованіи пива обращаютъ вниманіе на его запахъ, вкусъ, прозрачность, окраску, и способность пѣниться, затѣмъ опредѣляютъ удѣльный вѣсъ, содержаніе спирта и экстракта, и, на основаніи послѣднихъ опредѣленій, путемъ вычисленія находятъ концентрацію сусла, изъ котораго было приготовлено пиво, и степень переброженія, т. е. число, показывающее, сколько процентовъ веществъ, бывшихъ въ первоначальномъ суслѣ, перешло въ спиртъ и угольный ангидридъ. Рѣже опредѣляютъ количество мальтозы, декстрина, азотистыхъ веществъ, угольнаго ангидрида, кислотность, золу и глидеринъ. Далѣе производятся пробы на присутствіе консервирующихъ веществъ и сахараина.

Исследуемое пиво для всѣхъ опредѣленій, кромѣ опредѣленія угольного ангидрида, должно быть предварительно освобождено отъ углекислоты. Для этого, его нагреваютъ до 25° въ большой, наполовину наполненной, колбѣ и тщательно перемѣшиваютъ, пропуская внутрь колбы (но не въ жидкость) струю воздуха. Удобно также удаленіе углекислоты производится простымъ многократнымъ переливаніемъ подогрѣтаго до 25° пива изъ одного стакана въ другой тонкой струей.

Результаты количественныхъ опредѣленій выражаются въ граммахъ на литръ, содержаніе спирта—въ объемныхъ процентахъ.

Удѣльный вѣсъ.

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса производится при помощи пикнометровъ при 15° (см. нефть).

Содержаніе спирта.

Для опредѣленія содержанія спирта берутъ 100 к. с. лишеннаго углекислоты пива и поступаютъ такъ, какъ указано при исследованіи вина. Если пиво имѣетъ кислую реакцію, то его необходимо предварительно нейтрализовать.

Содержаніе экстракта.

Хотя содержаніе экстракта въ шивѣ можетъ быть опредѣлено такъ, какъ указано при винѣ, но обыкновенно для этого пользуются, такъ называемымъ, непрямымъ способомъ. 100 к. с. лишеннаго углекислоты пива медленно выпариваютъ въ плоской фарфоровой чашкѣ на водяной банѣ до тѣхъ поръ, пока не останется около 25 к. с. Затѣмъ остатки разбавляютъ водою до прежняго объема и опредѣляютъ его удѣльный вѣсъ при помощи пикнометра при 15°. По удѣльному вѣсу находятъ содержаніе экстракта по таблицѣ. (стр. 199).

Содержаніе экстракта въ первоначальномъ суслѣ.

Содержаніе экстракта въ первоначальномъ суслѣ можетъ быть приблизительно вычислено такъ: къ найденному количеству экстракта въ ‰ прибавляютъ удвоенное процентное (вѣсов.) содержаніе спирта и полученную сумму дѣлятъ на удѣльный вѣсъ пива.

Степень переброженія.

Степень переброженія вычисляется по формулѣ -- степень переброженія = $100 \times \frac{St - E}{St}$; иногда пользуются другою формулою -- степень

Таблица для нахождения экстракта (Винднша).

X—удельный вѣсъ пива (вина) лишеннаго спирта.

E—содержаніе экстракта въ граммахъ на литръ.

X.	E.	X.	E.	X.	E.	X.	E.	X.	E.
1,0000	0,0	1,0300	77,6	1,0600	155,5	1,0900	234,1	1,1200	313,2
10	2,6	10	80,2	10	158,1	10	236,7	10	315,8
20	5,2	20	82,7	20	160,7	20	139,3	20	318,5
30	7,7	30	85,3	30	163,3	30	242,0	30	321,1
40	10,3	40	87,9	40	166,0	40	244,6	40	323,8
50	12,9	50	90,5	50	168,6	50	247,2	50	326,4
60	15,5	60	93,1	60	171,2	60	249,9	60	329,1
70	18,1	70	95,7	70	173,8	70	252,5	70	331,7
80	20,8	80	98,3	80	176,4	80	255,1	80	334,4
90	23,2	90	100,9	90	179,0	90	257,8	90	337,0
1,0100	25,8	1,0400	103,5	1,0700	181,6	1,1000	260,4	1,1300	339,7
10	28,4	10	106,1	10	184,3	10	263,0	10	342,3
20	31,0	20	108,7	20	186,9	20	265,6	20	345,0
30	33,6	30	111,3	30	189,5	30	268,3	30	347,6
40	36,2	40	113,9	40	192,1	40	270,9	40	350,3
50	38,7	50	116,5	50	194,7	50	273,5	50	352,9
60	41,3	60	119,1	60	197,3	60	276,2	60	355,6
70	43,9	70	121,7	70	200,0	70	278,8	70	358,2
80	46,5	80	124,3	80	202,6	80	281,5	80	360,9
90	49,1	90	126,9	90	205,2	90	284,1	90	363,5
1,0200	51,7	1,0500	129,5	1,0800	207,8	1,1100	286,7	1,1400	366,2
10	54,3	10	132,1	10	310,4	10	289,4	10	368,8
20	56,9	20	134,7	20	213,1	20	292,0	20	371,5
30	59,4	30	137,3	30	215,7	30	294,7	30	374,1
40	62,0	40	139,9	40	218,3	40	297,3	40	376,8
50	64,6	50	142,5	50	220,9	50	299,9	50	379,4
60	67,2	60	145,1	60	223,9	60	302,6	60	382,1
70	69,8	70	147,7	70	226,2	70	305,2	70	384,7
80	72,4	80	150,3	80	228,8	80	307,9	80	387,4
90	75,0	90	152,9	90	231,4	90	310,5	90	390,0

переброжения $= \frac{200 A}{St}$, где A —содержание спирта в пивѣ в ‰ (вѣс.),
 E — содержание экстракта в пивѣ в ‰, St — содержание экстракта в
 первоначальномъ суслѣ.

Въ хорошо выбродившемъ пивѣ степень переброджения равна при-
 близительно 50 и не спускается ниже 44. Малая степень переброджения
 указываетъ на то, что пиво молодо. Молодое пиво вредно для здоровья.
 Изъ очень крѣпкаго сусла даже при сравнительно малой степени пере-
 брожения можетъ получиться хорошее, невредное пиво.

Определение минеральныхъ веществъ.

20 к. с. пива выпариваютъ въ платиновой чашкѣ, обугливаютъ, а
 потомъ сжигаютъ на самомъ маленькомъ огнѣ: чѣмъ ниже темпе-
 ратура, тѣмъ легче и полнѣе произойдетъ выгорание органическаго вещества.

Определение свободныхъ кислотъ.

50 к. с. пива для полного удаленія углекислаго газа нагреваютъ
 до 40° вѣ теченіи нѣсколькихъ минутъ, и затѣмъ титруютъ децинормаль-
 ной вѣдкой щелочью такъ, какъ указано при изслѣдованіи вина. Резуль-
 таты титрованія перечисляютъ на молочную кислоту, $C_3H_5(OH)CO_2H$.
 1 к. с. децинормальной щелочи отвѣчаетъ 0,009 гр. молочной кислоты.

Определение летучихъ кислотъ.

Для опредѣленія летучихъ кислотъ 50 к. с. пива перегоняютъ въ
 струѣ воднаго пара, и дестиллятъ, около 200 к. с., титруютъ децинор-
 мальной щелочью. Результаты титрованія перечисляются на уксусную
 кислоту. Подробности см. изслѣдованіе вина.

Определение глицерина.

Для опредѣленія глицерина берутъ 50 к. с. пива. Само опредѣленіе
 производится, какъ указано при винѣ.

Определение угольнаго ангидрида.

Определение угольнаго ангидрида производится слѣдующимъ обра-
 зомъ. Въ колбу, емкостью около 1 литра, изъ которой выкаченъ воздухъ
 до $\frac{3}{4}$ атмосферы, впускаютъ около 300 к. с. предварительно охлажденнаго
 до 0° пива; вѣсь взятаго пива узнается по разности. Колба, въ которую
 помещено пиво, имѣетъ обратный поставленный холодильникъ, къ свобод-
 ному концу котораго присоединяется V -образная трубка съ хлористымъ
 кальціемъ, далѣе—калишплатъ съ крѣпкой сѣрной кислотой и, наконецъ,

предварительно взвѣшенный калиаппаратъ съ концентрированнымъ растворомъ ѣдкаго кали. Послѣ того, какъ въ колбу помѣщено пиво, его начинаютъ медленно нагрѣвать, и доводятъ до кипѣнія, которое поддерживаютъ около $\frac{1}{4}$ часа. При этомъ угольный ангидридъ, бывшій въ пивѣ, выдѣляется и переводится въ калиаппаратъ, гдѣ онъ поглощается щелочью. Но часть его все таки остается въ колбѣ и холодильнике. Для того, чтобы перевести въ поглотительные приборы и этотъ угольный ангидридъ, по окончаніи нагрѣванія черезъ весь приборъ просасываютъ въ теченіе часа аспираторомъ воздухъ, лишенный углекислоты, т. е. предварительно прошедшій черезъ растворъ ѣдкой щелочи. Затѣмъ калиаппаратъ, гдѣ происходило поглощеніе угольнаго ангидрида взвѣшиваютъ.

Опредѣленіе мальтозы.

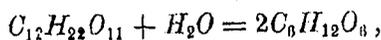
Такъ какъ пиво, кромѣ мальтозы, содержитъ всегда и другія вещества, возстановляющія феллинову жидкость, то при нижеописанномъ опредѣленіи находятъ содержаніе не чистой мальтозы, а, такъ называемой, сырой.

Для опредѣленія сырой мальтозы пиво разбавляютъ водою такъ, чтобы оно содержало не болѣе 1% мальтозы. 25 к. с. такого разбавленнаго пива смѣшиваютъ на холоду въ глазурованной фарфоровой чашкѣ съ 50 к. с. феллиновой жидкости, смѣсь нагрѣваютъ до кипѣнія и кипятятъ точно 4 минуты. Черезъ 4 минуты выдѣлившійся красный осадокъ закиси мѣди переносятъ на асбостовый фильтръ и далѣе поступаютъ такъ, какъ описано при опредѣленіи крахмала. По найденному количеству мѣди опредѣляютъ содержаніе мальтозы въ пивѣ, пользуясь таблицей (см. стр. 202).

Опредѣленіе декстрина.

Къ 50 к. с. пива прибавляютъ 15 к. с. соляной кислоты, удѣльнаго вѣса 1,125, смѣсь разбавляютъ водою до 200 к. с. и нагрѣваютъ въ кипящей водяной банѣ съ обратнымъ холодильникомъ въ теченіе 2-хъ часовъ. Послѣ охлажденія жидкость нейтрализуютъ ѣдкимъ натромъ до очень слабо кислой реакціи, разбавляютъ водою до 300 к. с., и образовавшуюся декстрозу опредѣляютъ, какъ указано при крахмалѣ.

Такъ какъ при этомъ будетъ опредѣлено количество декстрозы, образовавшейся не только изъ декстрина, но и изъ мальтозы, то для опредѣленія содержанія декстрина, изъ найденнаго количества декстрозы вычитаютъ такое ея количество, которое образовалось изъ бывшей въ пивѣ мальтозы, по уравненію



и полученный остатокъ умножаютъ на 0,9, потому что изъ 9 частей декстрина образуется при инвертировании при помощи соляной кислоты 10 частей декстрозы, по уравненію

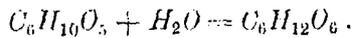


Таблица для опредѣленія мальтозы.

Мѣль м. гр.	Мальтоза м. гр.								
30	25,3	85	73,2	140	122,4	195	171,6	250	220,8
35	29,6	90	77,7	145	126,6	200	176,6	255	225,3
40	33,9	95	82,1	150	131,4	205	180,	260	229,8
45	38,3	100	86,6	155	135,9	210	185,0	265	234,3
50	42,6	105	91,0	160	140,4	215	189,5	270	238,8
55	47,0	110	95,5	165	144,9	220	193,9	275	243,3
60	51,3	115	99,9	170	149,4	225	198,4	280	247,8
65	55,7	120	104,4	175	153,8	230	202,4	285	252,2
70	60,1	125	108,9	180	158,3	235	207,4	290	256,6
75	64,5	130	113,4	185	162,7	240	211,8	295	261,1
80	68,9	135	117,9	190	167,2	245	216,3	300	265,5

Опредѣленіе азота.

Опредѣленіе азота въ пивѣ производится такъ же, какъ и въ винѣ

Опредѣленіе фосфорной кислоты.

Опредѣленіе фосфорной кислоты въ пивѣ производится такъ же, какъ и въ винѣ.

Консервирующія вещества.

Въ качествѣ консервирующихъ пиво веществъ примѣняются: салициловая кислота, борная кислота и соли фтористоводородной кислоты.

Открытіе салициловой и борной кислоты см. при винѣ. При этомъ нужно имѣть въ виду, что слѣды борной кислоты почти всегда бываютъ въ натуральномъ хмелѣ.

Для открытія фтористыхъ соединеній 100 к. с. пива нейтрализуютъ ѣдкимъ натромъ до слабо щелочной реакціи, прибавляютъ къ нейтрализованному пиву 2 к. с. 20% раствора соды, полученную смѣсь нагреваютъ до кипѣнія и осаждаютъ большимъ избыткомъ хлористаго кальція. Отфильтрованный осадокъ, послѣ хорошаго промыванія и высушиванія, переносятъ въ платиновый тигель, куда потомъ присоединяютъ и золу фильтра. Затѣмъ тигель съ осадкомъ слабо прокалываютъ. Послѣ охлажденія, въ тигель прибавляютъ 2-3 к. с. крѣпкой сѣрной кислоты и тотчасъ закрываютъ его часовымъ стекломъ, покрытымъ воскомъ. Въ восковомъ слое сдѣлана черта, идущая черезъ воскъ до стекла, въ 1 сант. длиной. Затѣмъ тигель со стекломъ оставляютъ на 12 часовъ при обыкновенной температурѣ, послѣ чего его нагреваютъ на водяной банѣ около 1½ часа, все время охлаждая стекло кусочками льда. Послѣ этого воскъ со стекла удаляется. Даже въ томъ случаѣ, если фтора было не болѣе 1 миллиграмма, ужь замѣтно разѣданіе стекла на мѣстѣ черты, гдѣ былъ удаленъ воскъ.

Открытие сахараина.

Для открытія сахараина поступаютъ такъ, какъ указано для открытія салициловой кислоты. Послѣ испаренія эфира, остатокъ растворяютъ въ водѣ и отфильтровываютъ отъ хмѣлевой смолы. Сладкій вкусъ раствора указываетъ на присутствіе сахараина.

Для повѣрки, этотъ водный растворъ выпариваютъ до суха, остатокъ сплавляютъ съ содой и селитрой и пробуютъ на сѣрную кислоту хлористымъ баріемъ въ подкисленномъ соляной кислотой растворѣ. Полученіе осадка сѣрниокислаго барія указываетъ на присутствіе сахараина.

Если въ пивѣ нѣтъ салициловой кислоты, то для повѣрочной реакціи остатокъ отъ выпариванія сладкаго раствора сплавляютъ съ ѣдкимъ натромъ и затѣмъ пробуютъ хлорнымъ желѣзомъ на салициловую кислоту. Фиолетовое окрашиваніе служитъ доказательствомъ присутствія сахараина.

Въ продажу не должно поступать пиво кислое, съ неприятнымъ вкусомъ или запахомъ и имѣющее муть, совершенно безразлично, отъ чего бы она ни происходила; кромѣ того, оно должно удовлетворять слѣдующимъ требованіямъ: степень переброженія должна равняться минимуму 46%, количество экстракта въ первоначальномъ суслѣ должно быть не менѣе 12%, въ пивѣ должно быть больше экстракта, чѣмъ спирта, количество минеральныхъ веществъ не болѣе 3 граммовъ на литръ, содержаніе свободной кислоты (перечислен. на молочную) 0,9 — 2,7 гр. на литръ, уксусной кислоты не болѣе 0,6 гр. на литръ, глицерина не болѣе 4 гр. въ литръ, консервирующихъ веществъ и сахараина въ пивѣ не должно быть, фосфорной кислоты и азота должно быть каждаго не меньше 0,4% отъ количества экстракта въ первоначальномъ суслѣ.

П и в о.

Сортъ пива.		Удельный вѣсъ.	Угле- кислота.	Спиртъ, вѣсовые %	Экстрактъ.	Азотистыя вещества.	Мальтоза.	Декстринь.	Молочная кислота.	Глицеринъ.	Фосфорная кислота.	Минераль- ные вещества.	Первоначал. сусло.	Степень пе- реброжения.
Заграничное	Зимнее пиво	1,0114	0,197	3,36	5,34	0,74	0,95	3,11	0,156	0,12	0,055	0,204	—	—
	Лѣтнее	1,0162	0,196	3,93	5,79	0,21	0,88	3,73	0,151	0,165	0,077	0,228	—	—
	Экспортъ	0,0176	0,209	4,40	6,38	0,74	1,20	3,43	0,161	0,154	0,074	0,247	—	—
	Пиво „Бокъ“	1,0213	0,234	4,69	7,21	0,73	1,81	3,97	0,165	0,176	0,089	0,263	—	—
	Бѣлое	1,0137	0,297	2,79	5,34	0,58	1,62	2,42	0,392	0,092	0,034	0,149	—	—
	Портеръ	1,0101	0,215	4,70	6,59	0,65	2,62	3,08	0,281	—	0,093	0,303	—	—
Московского.	Эль	1,0141	0,201	4,75	4,65	0,61	1,07	1,81	0,278	—	0,086	0,31	—	—
	Портеръ	1,024	—	7,12	8,48	0,90	—	—	0,181	0,213	0,133	0,33	22,72	62,7
	Экспортъ	1,0188	—	5,40	6,93	0,761	—	—	0,098	0,204	0,098	0,255	17,73	60,9
	Кульмбаховское	1,024	—	4,39	8,51	0,877	—	—	0,099	0,163	0,089	0,28	17,30	50,9
	Столовое	1,0153	—	4,26	5,43	0,694	—	—	0,091	—	0,141	0,206	13,95	61,1
	Вѣнское	1,0166	—	3,93	5,94	0,606	—	—	0,099	0,152	0,086	0,23	13,80	57,0
	Кабинетное	1,0172	—	3,18	6,14	0,700	—	—	0,112	0,127	0,0869	0,205	12,50	50,9
	Пильзенское	1,0088	—	3,08	4,25	0,562	—	—	0,099	0,129	0,030	0,188	10,41	59,2
	Черное бархат	1,0512	—	2,56	15,62	0,898	—	—	0,173	0,081	0,123	0,28	20,74	24,7
	Черное	1,049	—	1,05	13,1	0,812	—	—	0,168	0,027	—	0,22	15,20	13,9

У к с у с ь .

Уксусомъ называется вкусовое вещество, содержащее уксусную кислоту и получаемое или при помощи уксуснаго броженія содержащихъ спиртъ жидкостей, или просто разбавленіемъ водою, такъ называемой уксусной эссенціи.

Въ зависимости отъ сырого матеріала, изъ котораго получаютъ уксусъ различаютъ винный уксусъ, пивной, медовый и т. д. Къ уксусу иногда прибавляютъ ароматическихъ веществъ, напр., эстрагона и получаютъ эстрагонный уксусъ.

Для анализа необходимо около 0,5 литра уксуса, который долженъ быть доставленъ въ лабораторію въ хорошо закупоренной стеклянкѣ. При анализѣ уксуса обыкновенно опредѣляютъ его вкусъ, количество уксусной кислоты и дѣлаютъ пробы на свободныя минеральныя кислоты; рѣже опредѣляютъ удѣльный вѣсъ, содержаніе спирта, экстракта, минеральныхъ веществъ, количество свободныхъ минеральныхъ кислотъ и дѣлаютъ реакціи на тяжелые металлы, винный камень, щавелевую кислоту, альдегидъ, красящія и консервирующія вещества.

Полученные результаты анализа выражаютъ для уксусной кислоты въ граммахъ на 100 к. с., а для другихъ веществъ въ граммахъ на 1 литръ.

Опредѣленіе в к у с а производится, какъ съ разбавленнымъ, такъ и съ нейтральзованнымъ уксусомъ.

О п р е д ѣ л е н і е о б щ е й к и с л о т н о с т и .

Къ 10—20 к. с. уксуса, разбавленнаго такимъ же объемомъ воды, прибавляютъ нѣсколько капель фенолфталеина и титруютъ его нормальнымъ растворомъ ѣдкой щелочи. Если уксусъ сильно окрашенъ, то въ качествѣ индикатора приходится пользоваться лакмусовой бумажкой, какъ указано при титрованіи вина для опредѣленія общей кислотности. 1 к. с. нормальной ѣдкой щелочи отвѣчаетъ 0,06 гр. уксусной кислоты.

Для того, чтобы перечислить найденное количество уксусной кислоты съ объемныхъ процентовъ на вѣсовые, нужно полученную величину разделить на удѣльный вѣсъ уксуса.

Пр о б а н а п р и с у т с т в і е м и н е р а л ь н ы хъ к и с л о тъ и н хъ о п р е д ѣ л е н і е .

Измѣруемый уксусъ разбавляютъ водою такъ, чтобы содержаніе въ немъ уксусной кислоты было около 2%. Къ 20 к. с. такого разбавленнаго уксуса прибавляютъ 4—5 капель 0,01% раствора метилвиолета (Methylviolett 2 В.) или тропеолина (Tropaeolin 0.0.) Если отъ метилвиолета

появилось зеленое окрашивание, то это указывает на большое количество минеральных кислот, голубое окрашивание — на малое. Тростеодит минеральными кислотами окрашивается в красный цветъ.

Щавелевая кислота ведетъ себя такъ же, какъ минеральная.

Количественное опредѣленіе свободныхъ минеральныхъ кислотъ въ уксусѣ производится по Гильгеру такъ. 20 к. с. уксуса точно нейтрализуются (проба на точность нейтрализаціи при помощи лакмусовой бумажки на которую помещаютъ палочкой капли титруемой жидкости см. вино, общія кислотность) въ фарфоровой чашкѣ нормальнымъ растворомъ жѣдкой щелочи. Нейтрализованная жидкость выпаривается приблизительно до $\frac{1}{10}$ первоначальнаго объема; затѣмъ, къ ней прибавляютъ нѣсколько капель раствора метиль-виолета 2 В (0,1 на 1000) разбавляютъ водою до 3—4 к. с. и при подогреваніи титруютъ нормальной сѣрной кислотой до тѣхъ поръ, пока цветъ жидкости изъ краснаго не начнетъ дѣлаться голубымъ. Для того, чтобы лучше замѣтить переходъ цвета, рядомъ ставится вторая чашечка съ водою, къ которой прибавленъ метиль-виолетъ. Если количество куб. сан. нормальной кислоты, потраченной на титрование до голубого цвета, вычесть изъ количества кубич. сантиметровъ жѣдкой щелочи, потраченной на нейтрализацію всѣхъ кислотъ, находящихся въ уксусѣ, то разность будетъ указывать на количество жѣдкой щелочи, которая потрачена на нейтрализацію свободныхъ минеральныхъ кислотъ.

Опредѣленіе удѣльнаго вѣса, содержанія спирта, экстракта, минеральныхъ веществъ (зола) производится такъ, какъ описано при изслѣдованіи вина.

Проба на тяжелые металлы.

Изъ тяжелыхъ металловъ въ уксусѣ могутъ находиться свинецъ, мѣдь и цинкъ, переходящіе въ растворъ при сохраненіи уксуса въ металлическихъ сосудахъ.

Для открытія ихъ присутствія къ 20 к. с. изслѣдуемаго вещества приливаютъ такой же объемъ свѣже приготовленной сѣроводородной воды. Измѣненію окраски указываетъ на ихъ присутствіе.

Для качественныхъ реакцій на отдѣльные металлы и количественнаго ихъ опредѣленія выпариваютъ 200 к. с. изслѣдуемаго уксуса и остатокъ озолотятъ послѣ прибавленія соды и селитры. Полученную золу растворяютъ въ соляной кислотѣ и анализируютъ по общимъ правиламъ минеральнаго анализа.

Проба на винный камень.

100 к. с. изслѣдуемаго уксуса выпариваютъ до густоты сиропа и к остатку, перенесенному въ пробирку, прибавляютъ емѣси спирта съ эфи

ромъ; при размѣшиваніи происходитъ выдѣленіе кристалловъ виннаго камня ($CO_2HCH(OH)CH(OH)CO_2K$).

Проба на щавелевую кислоту.

Къ уксусу, нейтрализованному амміакомъ, прибавляютъ хлористаго кальція; появленіе осадка, нерастворимаго въ уксусной кислотѣ, растворимаго въ соляной и вновь появляющагося при пересыщеніи послѣдняго раствора амміакомъ, указываетъ на присутствіе щавелевой кислоты.

Проба на альдегидъ.

Изъ 100 к. с. уксуса, предварительно нейтрализованнаго, отгоняютъ 10 к. с. Съ дистиллатомъ производятъ реакцію на альдегидъ, какъ указано при спиртѣ.

Проба на консервирующія вещества (салициловую и борную кислоты и фтористыя соединенія), производится такъ, какъ указано при изслѣдованіи шива.

Столовый уксусъ долженъ удовлетворять слѣдующимъ условіямъ:

1) Онъ долженъ имѣть запахъ и вкусъ, вполне чистый. Послѣ нейтрализаціи у него не должно быть рѣзкаго, жгучаго привкуса.

2) Онъ долженъ быть прозраченъ и не содержать видимыхъ невооруженнымъ глазомъ грибковъ.

3) Содержаніе уксусной кислоты не должно быть менѣе 4⁰/₀. Въ томъ случаѣ, если найдено меньше 4⁰/₀, то это могло произойти, или отъ фальсификаціи (разбавленія водой) или отъ того, что уксусъ не вполне готовъ (молодъ). Для рѣшенія этого вопроса нужно опредѣлить въ немъ содержаніе спирта и сахара. Если въ уксусѣ будетъ найдено такое количество спирта или сахара, которое при превращеніи въ уксусную кислоту повысило бы содержаніе послѣдней до вышеуказанной нормы, то это указываетъ, что уксусъ молодъ, но не фальсифицированъ.

4) Въ уксусѣ не должно быть: постороннихъ органическихъ веществъ, минеральныхъ кислотъ, ядовитыхъ металлическихъ соединеній.

5) Подкраиваніе уксуса должно быть произведено при помощи не вредныхъ для здоровья красокъ.

6) Виннымъ уксусомъ можетъ быть названъ только такой уксусъ, который содержитъ въ себѣ элементы вина, хотя бы и менѣе 8 гр. экстракта (за вычетомъ сахара) и 1 гр. минеральныхъ веществъ на 1 литръ; виннаго спирта въ немъ должно быть не болѣе 1⁰/₀ (объемнаго).

7) Въ уксусной эссенціи содержаніе уксусной кислоты должно быть не менѣе 80⁰/₀. Она не должна содержать другихъ продуктовъ сухой

перегонки дерева и должна выдерживать пробу съ хамелеономъ, которую производятъ такъ: къ 5 к. с. воды и 1-к. с. марганцево-кислаго калия (1:1000) прибавляютъ 5 к. с. укусеной эссенціи. Хорошо очищенная эссенція должна оставаться окрашенной въ розовый цвѣтъ, даже черезъ 10 минутъ. При изслѣдованіи подкрашенныхъ эссенцій эту пробу производятъ съ дистиллатомъ, получаемыхъ отгонкой $\frac{2}{3}$ эссенціи.

Въ укусеной эссенціи не должно быть фенола. Для пробы на содержаніе фенола сильно разбавленную эссенцію взбалтываютъ съ эфиромъ. Къ эфирной вытяжкѣ прибавляютъ бромную воду. Въ случаѣ присутствія фенола выдѣляется соединеніе $C_6H_2Br_3OBr$.

С о с т а в ъ у к у с а (по Кенигу).

	Уд. в.	Укуе. к.	Экстрактъ.	Вода.	Спиртъ.
Спиртовый укуеъ . . .	1,007—1,022	6,62—12,03	Слѣды—0,918	0,031—0,191	—
Обыкновен. столов. . .	1,005—1,017	3,5—5,54	0,09—0,96	0,02—0,43	—
Винный укуеъ . . .	—	5,57	0,89	0,053	0,57

Сахарная свекловица.

Сахарная свекловица состоитъ изъ мякоти (Mark), подъ которой подразумеваютъ оболочки кѣлокъ или нерастворимыя составныя части свекловичнаго корня (4—5⁰/₁₀) и воднаго содержимаго кѣлокъ, называемаго сокомъ (95—96⁰/₁₀).

Главной составной частью сока естественно считается тростниковый сахаръ, ради котораго воздѣлываютъ и перерабатываютъ свекловицу; кромѣ него въ сокѣ находится очень много другихъ веществъ, которые для свекловицы имѣютъ такое же значеніе, какъ и сахаръ, но для фабриканта они являются посторонними примѣсями. Всѣ эти вещества носятъ названіе „песахаръ“. Такъ какъ благодаря ихъ присутствію добываніе сахара затрудняется, то для заводчика важно знать ихъ качество и количество. Поэтому при изслѣдованіи сахарной свеклы обыкновенно опредѣляютъ количество сока, его доброкачественность и содержаніе въ свеклѣ сахара.

Большое вниманіе при этомъ нужно обращать на взятіе правильной средней пробы, потому что отдѣльные экземпляры свеклы, выросшіе на одномъ и томъ же полѣ, могутъ содержать неодинаковыя количества сахара, и даже въ одномъ и томъ же буркѣ содержаніе сахара въ раз-

ныхъ мѣстахъ его — различно. Для полученія правильной пробы берутъ нѣсколько бураковъ такъ, чтобы отобранная порція по вѣшному виду и величинѣ отдѣльныхъ корней, по возможности, походила бы на всю партію. Корни освобождаются отъ листьевъ, для чего отрѣзается коронка корни въ направленіи, перпендикулярномъ къ продольной оси. Послѣ этого корни обмываются холодной водой для удаленія приставшей грязи и насухо обтираются полотенцемъ. Всѣ отобранные бураки (каждый корень вдоль до половины діаметра) измельчаются помощью ручной или машинной терки въ кашку, которую тщательно перемѣшиваютъ и помѣщаютъ въ закрытый сосудъ для предупрежденія испаренія воды. Всѣ операціи производятся такъ, чтобы не потерять сокъ. Кашка, полученная такимъ образомъ изъ бураковъ, очень легко подвергается порчѣ, и поэтому всѣ необходимыя навѣски дѣлаютъ по возможности тотчасъ же.

Опрежденіе количества сока.

Навѣску 20 гр. тщательно растертой кашки обливаютъ въ стаканѣ 400 к. с. холодной воды, и оставляютъ стоять около $\frac{1}{2}$ часа, время отъ времени помѣшивая. Затѣмъ отсасываютъ жидкость при помощи водяного насоса, для чего въ стаканъ (рис. 54), опускаютъ стеклянную трубку, снабженную внизу раструбомъ, въ который вкладывается круглый ныжъ изъ фортецянаго войлока. Соединивъ эту трубку съ толстостѣнной колбой, изъ послѣдней выкачиваютъ воздухъ, влѣдствіе чего паружнымъ давленіемъ воздуха жидкость будетъ продавливаться черезъ ныжъ въ колбу. Когда жидкость будетъ такимъ образомъ по возможности удалена, вновь наливаютъ въ стаканъ воды, и это повторяютъ до тѣхъ поръ, пока вода больше ужь ничего растворить не будетъ.

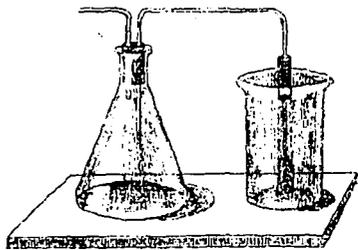


Рис. 54.

Тогда остатокъ смываютъ изъ стакана водой на высушенный до постоянного вѣса и взвѣшенный фильтръ, вновь промываютъ горячей водой, спиртомъ и эфиромъ, фильтръ съ остаткомъ высушиваютъ до постоянного вѣса при $100-105^{\circ}$ и взвѣшиваютъ. Вычтя изъ найденнаго вѣса вѣсъ фильтра, находимъ вѣсъ мякоти, содержащей еще золу. Послѣ этого фильтръ съ мякотью переноситъ въ платиновый тигель и сжигаютъ. Взвѣсивъ полученную золу и вычтя количество ея изъ вѣса мякоти, содержащей золу, найдемъ количество чистой мякоти. Наконецъ, выразивъ эту послѣднюю величину въ процентахъ по отношенію къ взятой навѣскѣ мякоти и вычтя найденные проценты изъ 100, получаемъ процентное содержаніе сока въ изслѣдуемой свекловичѣ.

Сахариметрія.

Существуетъ большое количество веществъ, какъ неорганическихъ, такъ органическихъ, которыя обладаютъ способностью вращать плоскость поляризаціи. Такія вещества, называемыя оптиически дѣятельными, дѣлятся на:

1) вещества, обладающія способностью вращать плоскость поляризаціи только до тѣхъ поръ, пока они находятся въ видѣ кристалловъ; сюда относится кварцъ;

2) вещества, вращающія плоскость поляризаціи не только тогда, когда они въ кристаллическомъ видѣ, но и, когда они переведены въ аморфное состояніе, т. е. расплавлены или растворены;

3) вещества, являющіяся оптиически дѣятельными только въ жидкомъ состояніи или въ видѣ раствора. Къ этому третьему классу относятся большинство оптиически дѣятельныхъ органическихъ веществъ и, между прочимъ, сахаръ.

Одни оптиически дѣятельныя вещества обладаютъ способностью вращать плоскость поляризаціи въ правую сторону, другія въ лѣвую; первыя называются правовращающими, вторыя лѣвовращающими. Одни изъ такихъ соединений встрѣчаются въ обѣихъ модификаціяхъ, напр., кварцъ, другія только въ какой нибудь одной; напр., тростниковый сахаръ вращаетъ плоскость поляризаціи вправо.

Уголь, на который вращаетъ плоскость поляризаціи то или другое вещество, пропорціоналенъ толщинѣ слоя вещества, черезъ который прошелъ поляризованный лучъ. При изслѣдованіи кристаллическихъ веществъ для полученія сравнимыхъ чиселъ опредѣляютъ величину вращенія для слоя въ 1 м. м., жидкія же вещества и растворы характеризуются „удѣльнымъ вращеніемъ“ $[\alpha]$. Если α —выраженный въ градусахъ уголь вращенія для нѣкотораго однороднаго свѣта (напр. линіи D натрія) при опредѣленной температурѣ (напр. 20°), l —толщина слоя въ дециметрахъ и c —число граммовъ вещества въ 1 к. с. изслѣдуемой жидкости или раствора, то

$$\text{удѣльное вращеніе} = \left[\alpha \right]_D^{20^{\circ}} = \frac{\alpha}{l \cdot c}.$$

Эта формула показываетъ, что уголь вращенія плоскости поляризаціи пропорціоналенъ концентраціи активнаго вещества, между тѣмъ это бываетъ не всегда такъ; большаю часть активныхъ веществъ проявляютъ въ этомъ отношеніи болѣе или менѣе значительныя отклоненія: для однихъ удѣльное вращеніе увеличивается съ увеличеніемъ концентраціи, для другихъ—она падаетъ и иногда, дойдя до нуля, при дальнѣйшемъ увеличеніи концентраціи, дѣлается противоположнымъ. Такимъ образомъ,

величины удѣльнаго вращенія имѣютъ значеніе только для опредѣленныхъ концентрацій.

Что касается вліянія температуры на удѣльное вращеніе, то оно, по крайней мѣрѣ, для тростниковаго сахара ничтожно мало въ предѣлахъ отъ 12° до 25°, и его обыкновенно не принимаютъ во вниманіе.

При изслѣдованіи растворовъ сахаристыхъ веществъ необходимо обратить вниманіе еще на то, что только что приготовленные растворы иногда обладаютъ болѣе, иногда-же менѣе сильнымъ удѣльнымъ вращеніемъ сравнительно съ растворами, приготовленными за нѣсколько часовъ до изслѣдованія. Это явленіе носитъ вообще названіе мутаротациі¹⁾; явленіе мутаротациі легко устраняется кипяченіемъ раствора.

При сахарозѣ явленіе мутаротациі не имѣетъ мѣста; что же касается глюкозы и молочнаго сахара, то, хотя оно тамъ и наблюдается, но легко устраняется прибавленіемъ 0,1% амміака.

Методъ опредѣленія величины угла вращенія основанъ на примѣненіи, такъ называемыхъ, николевыхъ призмъ, приготовленныхъ изъ исландскаго шпата. Лучъ свѣта, проходя черезъ такую призму, раздѣляется на 2 поляризованныхъ луча, изъ которыхъ только одинъ проходитъ черезъ всю длину призмы, а другой изъ нея удаляется. Если мы будемъ разсматривать лучъ свѣта, прошедшій черезъ такую призму—поляризаторъ, черезъ вторую такую же призму—анализаторъ, то увидимъ слѣдующее: если обѣ призмы находятся въ совершенно одинаковомъ положеніи другъ относительно друга, то лучъ свѣта, прошедшій черезъ первую призму, пройдетъ и черезъ вторую безъ всякаго измѣненія. Если же вторую призму мы повернемъ на 90° вокругъ оси, параллельной лучу свѣта, то лучъ свѣта, прошедшій черезъ первую призму, не пройдетъ черезъ вторую, и мы увидимъ потемнѣніе поля зрѣнія. Въ положеніяхъ призмъ, промежуточныхъ, часть свѣта проходитъ черезъ анализаторъ, и поле зрѣнія проясняется, и тѣмъ болѣе, чѣмъ уголъ, на который повернутъ анализаторъ, меньше 90°.

Обозначимъ то положеніе анализатора, когда поле зрѣнія совершенно темно, черезъ 0°. Вращая анализаторъ, мы замѣтимъ, что при поворотѣ на 90° поле зрѣнія приобретаетъ наибольшую яркость, при дальнѣйшемъ вращеніи, при 180°, опять наступитъ полное потемнѣніе, при 270°—опять maximum яркости.

Если теперь между обѣими призмами, установленными на темноту, т. е. на 0° или 180°, мы помѣстимъ растворъ сахара въ водѣ, то поле зрѣнія нѣсколько прояснится и безъ вращенія анализатора, т. е. лучъ свѣта,

¹⁾ Въ томъ случаѣ, когда наблюденное вращеніе больше теоретическаго, явленіе это называется мультиротацией.

прошедший через поляризаторъ, выполнилъ, проходя черезъ сахарный растворъ, то же, что мы дѣлали, вращая анализаторъ т. е. опять измѣнилъ положеніе той плоскости, въ которой былъ поляризованъ. Для того, чтобы узнать, на сколько градусовъ повернулась плоскость поляризаціи, мы должны повернуть анализаторъ до тѣхъ поръ, пока не наступитъ, по прежнему, полное затемненіе поля зрѣнія. Тотъ уголъ, на который необходимо будетъ повернуть анализаторъ, и будетъ угломъ вращенія плоскости поляризаціи данного сахарнаго раствора.

Приборы, при помощи которыхъ опредѣляется уголъ вращенія плоскости поляризаціи такъ, какъ только что описано, т. е. вращеніемъ анализатора, носятъ названіе круговыхъ поляриметровъ.

Эти приборы могутъ употребляться для количественныхъ опредѣленій тѣхъ веществъ, которые въ растворѣ вращаютъ плоскость поляризаціи. Для этого пользуются вышеприведенной формулой удѣльнаго вращенія

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{l \cdot c}$$

На самомъ дѣлѣ, если извѣстно удѣльное вращеніе которое, напр., для сахарозы 66,6°, извѣстна толщина слоя и уголъ α (уголъ вращенія плоскости поляризаціи изслѣдуемымъ растворомъ), то можно опредѣлить и c , т. е. вѣсовое количество сахара въ 1 к. с. раствора.

Сахариметры.

Какъ только что было описано, въ круговыхъ поляриметрахъ, при опредѣленіи угла вращенія плоскости поляризаціи какимъ либо растворомъ, приходится вращать анализаторъ. Въмѣсто того, чтобы для затемненія поля зрѣнія поворачивать анализаторъ, можно поступить такъ: послѣ того, какъ лучъ свѣта проиель сахарный растворъ, т. е. послѣ того, какъ плоскость, въ которой онъ былъ поляризованъ, повернулась на нѣкоторый уголъ, скажемъ, вправо, мы можемъ заставить его пройти черезъ такое вещество, которое повернетъ плоскость поляризаціи назадъ, влѣво, напр., заставить его пройти черезъ кварцевую лѣвоповорачивающую пластинку. Зная, на сколько градусовъ вращаетъ плоскость поляризаціи пластинка кварца въ 1 мм. толщиной, и зная, какой толщины пластинку намъ пришлось примѣнить для приведенія плоскости поляризаціи въ прежнее положеніе, мы можемъ узнать и уголъ, на который повернулась плоскость поляризаціи, благодаря сахарному раствору.

На этомъ принципѣ и устроены поляриметры съ прямолинейной шкалой. Въ томъ случаѣ, если они приспособлены, главнымъ образомъ, для изслѣдованія сахарныхъ растворовъ, они носятъ названіе сахариметровъ.

Все новые сахариметры относятся къ полутьнневымъ поляриметрамъ съ кварцевой компенсаціей. Благодаря примѣненію полутьнневого ¹⁾ приспособленія все поле зрѣнія при нулевомъ положеніи кажется равномерно затѣненнымъ, при великомъ же другомъ положеніи одна половина поля кажется темной, а другая свѣтлой.

Кварцевая компенсація состоитъ въ томъ, что уголъ вращенія плоскости поляризаціи компенсируется большей или меньшей толщиной слоя кварца, черезъ который долженъ пройти лучъ послѣ извлѣдуемаго сахарнаго раствора прежде, чѣмъ попасть въ анализаторъ. Для того, чтобы имѣть возможность по произволу измѣнять толщину кварца, компенсація производится при помощи кварцевыхъ клинцевъ, могущихъ, надвигаться одинъ на другой. Шкалы, которыми снабжаются сахариметры, обычно бываютъ двухъ родовъ. Въ основу французской шкалы положенъ тотъ фактъ, что пластинка кварца въ 1 миллиметръ толщиной компенсируетъ вращеніе раствора 16,350 гр. чистаго сахара до 100 моровскихъ ²⁾ куб. с. воды при 17,5 гр. причемъ трубка въ которой поляризуется растворъ, должна быть въ 20 сант. длиной. Такой растворъ даетъ на шкалѣ поляриметра показаніе 100.

Въ Германіи, Австріи и Россіи употребляются сахариметры со шкалой Венцке. Венцке за 100 принимаетъ компенсацію вращенія, которое можетъ произвести сахарный растворъ уд. в. 1,100 при вышеуказанныхъ условіяхъ. Сахарный растворъ уд. в. 1,100 получается въ томъ случаѣ, если 26,048 гр. сахара растворены въ водѣ до объема, занимаемаго 100 гр. воды при 20°С.

Навѣски сахара, которыя, будучи растворены въ объемъ до 100 к. с. воды, при поляризаціи въ трубкѣ въ 20 сант. длиной даютъ показаніе на сахариметрѣ 100, называются нормальными. Такимъ образомъ, нормальной навѣской для сахариметра со шкалой Венцке будетъ 26,048 гр. По постановленію международного конгресса химиковъ въ Парижѣ, на ряду въ вышеуказанной навѣской считается равноправной и новая нормальная навѣска въ 26,00 гр. сахара при условіи, если она была растворена въ такомъ объемѣ воды, что общій объемъ раствора равенъ 100 истиннымъ куб. с. при 20°С.

¹⁾ Подробности относительно устройства полутьнневого приспособленія см. А. Кировъ. Сахариметръ, основы его устройства и примѣненія его, в Frühling Anl. z. Untersuchung. d. f. d. Zuckerindustrie u. s. w.

²⁾ 1 гр. воды занимаетъ объемъ 1 к. с., какъ извѣстно, при + 4°С. Такъ какъ производить измѣренія при этой температурѣ не удобно, то въ основу измѣренія объемовъ Мюръ положилъ 14°R или 17,5°С. Поэтому 100 моровскихъ кубич. сант. равняются объему, который занимаютъ 100 граммовъ воды при 17,5°С., т. е. 100 моровскихъ куб. сант. = 100,235 истинныхъ или метрическихъ куб. сант.

На рис. 55 представлена схема сахариметра. S —освѣтительная линза, $N_1N_2N_3$ —окулярныя линзы, P —поляризаторъ, p —полутѣневая призма Липпиха, A —анализаторъ, c — a —двойная кварцевая компенсація, T — R —трубка съ изслѣдуемымъ растворомъ, F —свѣтовой фильтръ (трубочка, наполненная растворомъ двухромокислаго калия. Фильтръ, пропускающій



Рис. 55.

только желтые лучи, устраняютъ зависимость вращенія отъ рода освѣщенія и отъ желтоватой окраски нечистыхъ растворовъ сахара).

При помощи сахариметра можно легко опредѣлить процентное содержаніе сахара въ какомъ нибудь продуктѣ. Положимъ, что при поляризаціи изслѣдуемаго раствора въ трубкѣ длиной въ 20 сантиметровъ, получено показаніе сахариметра 10° . Такъ какъ 26,048 гр. сахара въ 100 к. с. даютъ показаніе 100° , то 1° отвѣчаетъ 0,26048 гр. въ 100 к. с., а 10° —2,6048 гр., т. е. изслѣдуемый растворъ содержитъ 2,6048% сахара.

Въ томъ случаѣ, когда можно взять нормальную навѣску изслѣдуемаго вещества, градусы, показываемые сахариметромъ, прямо даютъ проценты сахара, если нормальная навѣска вещества растворена въ такомъ объемѣ воды, что общій объемъ раствора равенъ 100 мороземнымъ куб. с., и поляризація произведена въ трубкѣ въ 20 ст. длиной.

Опредѣленіе сахара въ свекловичѣ.

При опредѣленіи количества сахара въ свекловичѣ пользуются большей частью двумя методами: 1) методомъ экстракціи Шейблера и 2) методомъ горячей водной дигестіи.

1) Методъ экстракціи позволяетъ получить болѣе точныя данныя о содержаніи сахара въ свекловичѣ. Экстракцію сахара изъ канни производятъ при помощи 90% спирта въ аппаратѣ Сокеле (рис. 56), который состоитъ изъ обратнаго холодильника, воронки Сокеле (рис. 57) и колбы.

Воронка Сокеле (экстракторъ) въ свою очередь состоитъ изъ цилиндра c , отъ дна котораго отходитъ сифонъ b , переходящій внизу въ трубку a . Трубка a соединена съ цилиндромъ c , кромѣ сифона, еще при помощи широкой трубки d . Къ концамъ воронки Сокеле на пробкахъ или шлифахъ присоединены сверху, обратно поставленный холодильникъ, а снизу колбочка, которая помѣщается въ нагреваемую водяную баню. Если въ колбѣ будетъ нагреваться какая-либо жидкость до кипѣнія, то пары, на-

полнив колбу, пойдутъ по трубкѣ *a*, далѣе перейдутъ черезъ трубку *d*, въ холодильникъ. Сгустившисъ въ холодильникѣ, они въ видѣ капель жидкости будутъ падать въ цилиндръ *e*, куда помещаютъ подвергаемое извлеченію вещество, будутъ растворять все, что въ данномъ растворителѣ

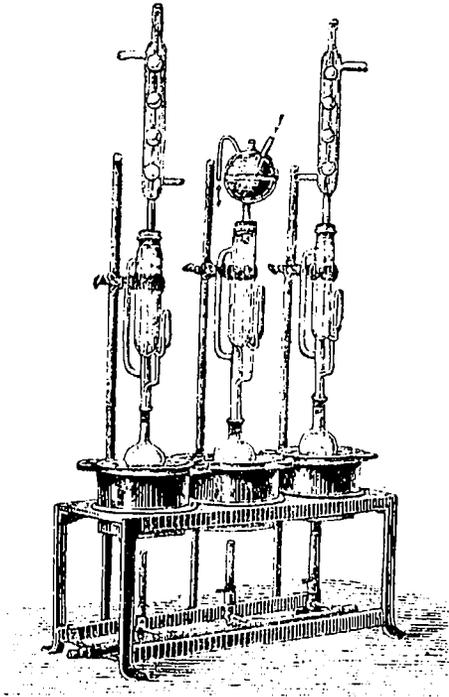


Рис. 56.

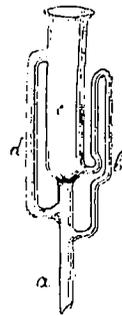


Рис. 57.

растворяется, до тѣхъ поръ, пока уровень жидкости въ цилиндрѣ не поднимется выше верхняго колѣна сифонной трубки *b*, тогда сифонъ придетъ въ дѣйствіе, и весь растворъ, находившійся въ цилиндрѣ *e*, перетечетъ въ колбу, присоединенную къ нижнему концу воронки. Изъ раствора, перетекшаго въ колбу, растворитель вновь будетъ обращаться въ паръ, вновь сгущаться въ холодильникъ и вновь будетъ наполнять цилиндръ *e* и т. д. Благодаря такой работѣ воронки, однимъ и тѣмъ-же количествомъ растворителя много разъ можно обработать экстрагируемое вещество.

Для опредѣленія сахара въ свекловичъ нормальную ¹⁾ навѣску мягки отвѣшиваютъ въ нейзильберовой чашкѣ, и прибавляютъ туда тотчасъ же

¹⁾ Какъ указано выше, при шкалѣ Венке нормальной навѣской будетъ 26,048 гр., если въ мѣрной колбѣ при 20° С до черты помещается 100 гр. воды. Если же въ мѣрной колбѣ до черты помещается 100 гр. воды не при 20° С., а при 4° С., т. е. при 20° въ нее входитъ 99,7174 гр., тогда нормальная навѣска будетъ

3 куб. сан. свинцоваго уксуса и немного 90% спирта. Свинцовый уксус прибавляют не только для того, чтобы сахара перевести въ нерастворимое свинцовое соединеніе, но и для того, чтобы воспрепятствовать разбуханію кашки и такимъ образомъ ускорить экстракцію.

Смѣсь тщательно перемѣшиваютъ и, затѣмъ, безъ потерь переносятъ при помощи того же 90% спирта въ экстракторъ. Слѣдуетъ при этомъ наблюдать, чтобы кашка лежала въ экстракторѣ рыхло и равномерно, а на дно его полезно положить вату. Послеъ того, какъ вся кашка перенесена въ экстракторъ, черезъ него прибавляютъ спирта столько, чтобы онъ занималъ приблизительно $\frac{3}{4}$ объема колбы, соединенной съ экстракторомъ. Поставивъ колбу на кипящую водяную баню, аппаратъ пускаютъ въ ходъ и черезъ 2 часа пробуютъ на полноту извлеченія сахара. Для этого, если у воронки нѣтъ особаго приспособленія, разбираютъ аппаратъ и берутъ нѣсколько капель жидкости, стекающей по сифону воронки. Для того, чтобы узнать, есть-ли въ этой жидкости сахаръ, т. е. сполна-ли произошло его извлеченіе, взятую пробу разбавляютъ въ пробиркѣ водой до 2 к. с., прибавляютъ 2 капли свѣжеприготовленнаго 20% спиртоваго раствора α — нафтола, хорошо перемѣшиваютъ и, затѣмъ, осторожно по стѣнкѣ приливаютъ около 10 к. с. чистой свѣрпой кислоты. Если при этомъ на границѣ слоевъ появляется фіолетовое окрашиваніе, то еще не весь сахаръ извлеченъ, и операцію извлеченія продолжаютъ до тѣхъ поръ, пока уже не будетъ реакціи съ α — нафтоломъ. Когда извлеченіе окончено, охлаждаютъ колбу со спиртовой вытяжкой кашки до 20°, дополняютъ 90% спиртомъ до 100 к. с., фильтруютъ и поляризуютъ въ трубкѣ длиной въ 20 сантиметровъ.

Передъ поляризацией слѣдуетъ обратить вниманіе на правильную установку источника свѣта передъ поляриметромъ. Разстояніе между источникомъ свѣта и поляриметромъ должно быть таково, чтобы освѣщающая чечевица отбрасывала ясное изображеніе источника свѣта на діафрагму анализатора. Чтобы найти это разстояніе поступаютъ такъ: діафрагму анализатора покрываютъ кружкомъ бѣлой бумаги, а передъ источникомъ свѣта помѣщаютъ иголку; источникъ свѣта передвигается въ разныя стороны до тѣхъ поръ, пока на бѣлой бумагѣ не получится ясное изображеніе иглы.

Послѣ установки правильнаго положенія источника свѣта необходимо проверить показанія шкалы поляриметра хотя бы 0°. Температура помѣщенія, гдѣ находится сахариметръ должна быть около 20°С.

равна 26,00. Вообще слѣдуетъ отмѣтить, что обыкновенныя мѣрные колбы необходимо передъ употребленіемъ тщательно проверить, и ошибка допускается не больше 0,1 к. с. при объемѣ 100 к. с.

2) Методъ горячей водной дигестиіи применяется такъ. Нормальную навѣску мязи помѣщаютъ въ дигестионную колбу въ 200,6 к. с., прибавляютъ туда 7 к. с. свинцоваго укуса и воды приблизительно до $\frac{4}{5}$ объема. Колба ставится въ водяную баню, нагрѣтую до 90°, и оставляется тамъ на 30 м. при частномъ взбалтываніи, при чемъ температура бани все время поддерживается при 90°. По истеченіи 30 минутъ колбу вынимаютъ изъ бани, побалтываніемъ и поварачиваніемъ удаляютъ пузырьки воздуха, прибавляютъ нѣсколько капель эфира и крѣпкаго спирта для удаленія пѣны и доливаютъ горячей водой на столько выше черты, чтобы по охлажденіи пришлось-бы прибавить лишь нѣсколько капель холодной воды. Послѣ этого колбу съ содержимымъ вновь ставятъ въ ту же баню и держатъ при 90° еще 15 минутъ, затѣмъ, охлаждаютъ до 20°, добавляют до черты холодной водой, фильтруютъ и поляризуютъ въ трубкѣ въ 400 мм. длиною. Показанія поляриметра указываютъ процентное содержаніе сахара въ свеклѣ.

Исслѣдованіе свекловичнаго сока.

Для полученія свекловичнаго сока готовятъ, какъ указано на стр. 209 мязгу, которую въ количествѣ 800—1000 гр. завертываютъ въ салфетку изъ толстаго холста и помѣщаютъ въ прессъ для отжиманія. Черезъ 5 минутъ при достаточно сильномъ давленіи отжиманіе бываетъ обыкновенно окончено. Относительно того, при какихъ условіяхъ производить это отжиманіе, окончательнаго соглашенія не достигнуто, а между тѣмъ по своему составу отжатые соки различны въ зависимости отъ степени измельченія мязи, силы давленія прессы, количества взятой для отжиманія мязи и т. п. Кромѣ того, нужно имѣть въ виду, что качество свекловичнаго сока, полученнаго путемъ отжиманія, не даетъ точнаго указанія на качество самой свеклы вслѣдствіе того, что составъ этого сока не тождественъ съ составомъ сока, находящагося въ клѣточкахъ свекловицы.

Опредѣленіе общаго количества твердыхъ веществъ въ сокѣ.

Для опредѣленія общаго количества твердыхъ веществъ въ сокѣ пользуются ареометрами Брикса, называемыми сахарометрами. При послѣдованіи растворовъ чистаго сахара градусы Брикса даютъ прямо процентное (вѣсовое) содержаніе сахара, но для нечистыхъ сахарныхъ растворовъ градусы Брикса не отвѣчаютъ содержанію чистаго сахара, потому что удѣльный вѣсъ раствора обуславливается присутствіемъ не одного только сахара, но и другихъ, находящихся въ растворѣ, веществъ, такъ называемыхъ несакхара. Если бы удѣльный вѣсъ растворовъ несакхара

Таблица для приведения градусовъ Брикса къ нормальной температурѣ — 15° С.

Температура.	П р о ц е н т ы с а х а р а .														
10	5,15	10,19	15,22	20,24	25,27	30,29	35,30	40,31	45,32	50,33	55,34	60,35	65,35	70,36	75,36
11	5,13	10,16	15,18	20,20	25,22	30,23	35,24	40,25	45,26	50,27	55,27	60,28	65,28	70,28	75,29
12	5,10	10,12	15,14	20,15	25,17	30,18	35,18	40,19	45,20	50,20	55,21	60,21	65,21	70,21	75,21
13	5,07	10,08	15,09	20,10	25,11	30,12	35,12	40,13	45,13	50,13	55,14	60,14	65,14	70,14	75,14
14	5,04	10,04	15,05	20,05	25,06	30,06	35,06	40,07	45,07	50,07	55,07	60,07	65,07	70,07	75,07
15	5,00	10,00	15,00	20,00	25,00	30,00	35,00	40,00	45,00	50,00	55,00	60,00	65,00	70,00	75,00
16	4,96	9,96	14,95	19,95	24,94	29,94	34,94	39,93	44,93	49,93	54,93	59,93	64,93	69,93	74,93
17	4,92	9,91	14,90	19,89	24,88	29,87	34,87	39,87	44,86	49,86	54,86	59,86	64,86	69,86	74,86
18	4,87	9,86	14,81	19,83	24,82	29,81	34,80	39,80	44,79	49,79	54,79	59,79	64,79	69,78	74,79
19	4,83	9,80	14,78	19,77	24,75	29,74	34,73	39,73	44,72	49,72	54,72	59,71	64,71	69,71	74,71
20	4,78	9,75	14,72	19,70	24,69	29,67	34,66	39,66	44,65	49,65	54,64	59,64	64,64	69,64	74,64
21	4,72	9,69	14,66	19,64	24,62	29,60	34,59	39,59	44,58	49,58	54,57	59,57	64,57	69,57	74,57
22	4,67	9,63	14,60	19,57	24,55	29,53	34,52	39,51	44,50	49,50	54,49	59,49	64,49	69,49	74,50

быть равенъ удѣльному вѣсу чистаго сахара при условіи одинаковой концентрации, то по Бриккелю можно было-бы судить (для нечистыхъ растворовъ) о количествѣ растворенныхъ твердыхъ веществъ, и такимъ образомъ можно было бы опредѣлять „истинное“ количество сухого вещества въ растворѣ. Но такъ какъ этого нѣтъ, то при помощи сахарометра Бриккеля опредѣляютъ „кажущееся“ количество сухого вещества, „истинное“ же опредѣляютъ, выпаривая опредѣленный объемъ сока въ чашкѣ на водной банѣ, и затѣмъ, высушивая остатокъ (лучше въ смѣси съ пескомъ) до постояннаго вѣса при 105—110°.

При опредѣленіи кажущагося количества сухого вещества въ свѣже добытомъ сокѣ нужно имѣть въ виду, что такой сокъ всегда содержитъ въ себѣ массу мельчайшихъ пузырьковъ воздуха, и поэтому передъ опредѣленіемъ онъ долженъ быть помѣщенъ подъ колоколъ воздушнаго насоса въ разряженное пространство. Для удаленія воздуха изъ сока можно поступать за немнѣнимъ колокола такъ. Сокъ наливается въ толстостѣнную стеклянную банку или колбу, которую соединяютъ съ водянымъ выкачивающимъ насосомъ; минутъ черезъ 10 весь воздухъ изъ сока при этихъ условіяхъ будетъ удаленъ.

Кромѣ пузырьковъ воздуха въ сокѣ всегда бываютъ обрывки клѣтчаткы. Фильтрованіе сока черезъ бумагу происходитъ очень медленно, поэтому его фильтруютъ черезъ плотное полотно или даже черезъ мелкую металлическую сѣтку, которую вкладываютъ въ стеклянную воронку такъ же, какъ и бумажный фильтръ.

Лишенный пузырьковъ воздуха и профильтрованный сокъ для опредѣленія въ немъ кажущагося количества твердыхъ веществъ наливается въ цилиндръ такъ, чтобы не было пѣны. Подробности относительно пользования ареометрами см. стр. 68.

Опредѣленіе сахара въ сокѣ.

Въ колбу вмѣщую 2 мѣтки 100 и 110 куб. сантиметровъ наливаютъ сокъ до первой черты (пѣна удаляется пропускной бумагой), прибавляютъ свищоваго уксуса до второй черты и, сильно перемѣшавъ смѣсь, оставляютъ въ покоѣ на 5—10 минутъ, затѣмъ содержимое колбы все цѣлкомъ сразу переносятъ на сухой фильтръ. Фильтратъ поляризуютъ въ трубкѣ въ 200 мм. длинной. Вычисленіе количества сахара въ сокѣ по показанію поляриметра производится такъ. Положимъ, поляриметръ показавъ 58,6°. Такъ какъ сокъ былъ разбавленъ на $\frac{1}{10}$ свищовымъ уксусомъ, то, если бы этого разбавленія не было, показаніе поляриметра было бы $58,6 + 5,86 = 64,46^\circ$. Какъ указано на стр. 213, 1° швейцкой шкалы (при употребленіи новой нормальной навѣски) отвѣчаетъ содержанію 0,26 гр.

сахара въ 1 к. с., а $64,46^{\circ}$ будутъ отвѣчать $64,46 \times 0,26 = 16,76$ гр. сахара въ 100 к. с. сока, т. е. сокъ содержитъ $16,76\%$ сахара.

Такъ какъ въ свежловичномъ сокѣ, кромѣ тростниковаго сахара, находится еще много другихъ веществъ, обладающихъ оптической дѣятельностью, то поляриметрическое опредѣленіе въ немъ сахара нельзя считать вполне точнымъ, вслѣдствіе чего иногда вмѣсто того, чтобы, какъ въ приведенномъ выше примѣрѣ, сказать, что сокъ содержитъ $16,76\%$ сахара, говорятъ, что поляризація сока $16,76^{\circ}$.

Опредѣленіе сахара производится путемъ вычитанія процентнаго содержанія сахара въ сокѣ (найденнаго поляризаціей) изъ кажущагося содержанія твердыхъ веществъ въ сокѣ (находится при помощи ареометра Брикса).

Опредѣленіе коэффициента доброкачественности.

Коэффициентомъ доброкачественности считаютъ содержаніе сахара, выраженное въ процентахъ по отношенію къ содержанію твердаго вещества. Отличаютъ „кажущуюся доброкачественность“ и „истинную доброкачественность“. Первую получаютъ, раздѣливъ процентъ сахара, умноженный на 100, на кажущееся содержаніе твердаго вещества, а для полученія второй нужно процентъ сахара, умноженный на 100, раздѣлить на истинное содержаніе твердыхъ веществъ.

Значеніе этихъ коэффициентовъ очень важно для сужденія о достоинствѣ сока.

Опредѣленіе инвертированнаго сахара.

Для качественнаго открытія инвертированнаго сахара въ сокѣ 10—15 капель его смѣшиваютъ въ пробиркѣ съ 15 к. с. феллинговой жидкости и кипятятъ. Если произошло выдѣленіе краснаго осадка закиси мѣди, то это служитъ признакомъ присутствія инвертированнаго сахара, необходимо только наблюдать, чтобы феллингова жидкость была хорошо перемѣшана съ изслѣдуемымъ растворомъ, чтобы нагреваніе всей пробирки было по возможности равномерно, и чтобы кипяченіе производилось не слишкомъ сильно и не очень долго.

Для количественнаго опредѣленія инвертированнаго сахара къ 100 к. с. сока прибавляютъ 10 к. с. свицоваго уксуса, смѣсь тщательно перемѣшиваютъ и фильтруютъ черезъ сухой фильтръ. Изъ 55 к. с. филтратъ, помѣщеннаго въ мѣдную колбу, въ 250 к. с., выдѣляютъ свинецъ при помощи соды, и послѣ того, какъ отъ дальнѣйшаго прибавленія соды осадокъ перестанетъ образовываться, содержимое колбы разбавляютъ водой до черты, тщательно перемѣшиваютъ и фильтруютъ черезъ сухой фильтръ. Въ филтратѣ опредѣляютъ количество инвертированнаго сахара

при помощи фелинговой жидкости вѣсовымъ (стр. 145) или объемнымъ (стр. 144) способомъ. При расчетѣ необходимо имѣть въ виду, что 50 к. с. этого фильтраата отвѣчаютъ 10 к. с. изслѣдуемаго сока.

Сахарный песокъ.

При изслѣдованіи сахарнаго песка опредѣляютъ содержаніе въ немъ тростниковаго сахара, воды, золы, инвертированнаго сахара, его цвѣтность и выходъ изъ него рафинада.

Опредѣленіе тростниковаго сахара.

Опредѣленіе тростниковаго сахара производится прямой поляризацией и поляризацией по Клерже.

Прямая поляризация. Нормальную навѣску сахара растворяютъ въ теплой водѣ (50—60°C) въ колбѣ въ 100 к. с., охлаждаютъ до 20°, прибавляютъ, если растворъ мутенъ, гидрата окиси алюминія, добавляютъ водой до черты, фильтруютъ черезъ сухой фильтръ и поляризуютъ въ трубкѣ въ 20 ст. длиной. Показаніе сахариметра прямо даетъ содержаніе сахара въ процентахъ.

Поляризация по Клерже имѣетъ преимущество передъ прямой поляризацией въ томъ, что она даетъ возможность опредѣлить содержаніе тростниковаго сахара и въ томъ случаѣ, если въ сахарномъ пескѣ, кромѣ сахарозы находится еще инвертный сахаръ. Выполняется она такъ. Изъ фильтраата, служившаго для опредѣленія прямой поляризации, отбираютъ шпательной 50 к. с., что отвѣчаетъ половинѣ нормальной навѣски, помѣщаютъ ихъ въ колбу въ 100 к. с., прибавляютъ туда 20 к. с. воды и 5 к. с. соляной кислоты уд. в. 1,18. Затѣмъ, помѣстивъ колбу на водяную баню, нагреваютъ до 70—75°, при постоянномъ побалтываніи подогрѣваютъ ее до 67°. За этой температурой слѣдятъ по термометру, погруженному внутрь колбы. Большею частью нагреваніе до 67° продолжается 2—3 м. Какъ только указанная температура будетъ достигнута, съ этого момента поддерживаютъ внутри колбы температуру 67—70° въ теченіе 5 минутъ. По прошествіи указанного времени, колбу быстро охлаждаютъ до 20°, вынимаютъ термометръ, обмываютъ его водой и доливаютъ колбу до черты. Полученный растворъ поляризуютъ въ трубкѣ въ 200 мм. Трубка для поддержанія въ ней точно 20° должна быть снабжена кожухомъ для воды. Результатъ анализа вычисляется по формулѣ Клерже—Герцфельда.

$$Z = \frac{P + I}{132,66} \times 100,$$

гдѣ P — прямая поляризация, I — поляризация послѣ инвертированія, Z — содержаніе сахара.

Способъ Клерже-Герцфельда даетъ хорошіе результаты, если работа ведется точно при тѣхъ условіяхъ, которыя указаны.

Воду опредѣляютъ высушиваніемъ до постоянного вѣса навѣски сахара въ 10 гр. Высушиваніе производятъ сначала при 50—60°, затѣмъ при 105—110.

Зная въ процентахъ количество сахара изъ поляриметрическаго опредѣленія, и количество воды, опредѣляютъ количество не сахара, которое будетъ равно разности между 100 и суммой сахара и воды.

Для опредѣленія золы по Шейблеру 3 грамма сахара смачиваютъ въ плоской платиновой чашечкѣ чистой крѣпкой сѣрной кислотой, быстро нагрѣваютъ на горѣлкѣ до начала обугливанія и затѣмъ озолотятъ, не доводя до плавленія, въ муфелѣ при слабомъ красномъ каленіи (около 700°C). При этомъ металлы, входящіе въ составъ золы, получаютъ въ видѣ сѣрнокислыхъ солей, при обыкновенномъ же способѣ озолотія они бывають въ видѣ углекислыхъ солей. Чтобы отъ золы, полученной по Шейблеру, перейти къ обыкновенной золѣ, отъ найденной величины отнимають 10%, что, надо замѣтить, не для всякой золы является правильнымъ.

Что касается инвертированнаго сахара, то большей частью количество его въ сахарномъ пескѣ бываетъ не очень велико, и обыкновенно довольствуются при изслѣдованіи только качественной пробой на его присутствіе. Берутъ около 10 капель того раствора, который употребляется для поляризаціи, и кипятятъ его съ 15 к. с. фелинговой жидкости. Слѣдуетъ наблюдать, чтобы сахарный растворъ былъ хорошо перемѣшанъ съ фелинговой жидкостью, и чтобы кипяченіе было не очень сильно и не дольше 3 мин. Въ случаѣ присутствія инвертированнаго сахара замѣчается выдѣленіе краснаго осадка закиси мѣди.

Количественное опредѣленіе инвертнаго сахара производится такъ. 10 гр. сахара растворяють въ 50 к. с. воды въ Эрленмейеровской колбѣ, емкостью 200—250 к. с., прибавляютъ туда 50 к. с. фелинговой жидкости, и колбу быстро нагрѣваютъ на свѣтѣ. Когда жидкость энергично закипитъ, поддерживаютъ кипѣніе ровно 2 минуты, послѣ чего колбу снимають съ огня, вливаютъ въ нее 100 к. с. холодной воды и содержимое ее фильтруютъ черезъ азбестовый фильтръ, дальше поступаютъ такъ, какъ описано на стр. 146.

Если изслѣдуемый сахаръ содержитъ такое большое количество инвертнаго сахара, что жел окисл мѣди, бывшая въ фелинговой жидкости, перейдетъ въ закисъ, и синій цвѣтъ раствора почти исчезнетъ, то для анализа слѣдуетъ взять 5 гр. сахара, вмѣсто 10.

Определение щелочности и кислотности.

10 гр. сахара растворяются въ 100 к. с. нейтральной воды (нейтральная вода готовится такъ: къ определенному количеству свѣжепроткинутой воды прибавляютъ $\frac{1}{2000}$ по объему ея раствора фенолфталеина (1 ч. фенолфталеина въ 100 ч. 90 — 95% спирта) и раствора $\frac{1}{280}$ нормальной ѣдкой щелочи до тѣхъ поръ, пока вся жидкость окрасится въ слабый розовый цвѣтъ). Если при этомъ растворъ приметъ розовое окрашивание, то сахаръ щелочной, и для определения щелочности растворъ титруютъ $\frac{1}{280}$ нормальной кислотой. Сахарный песокъ, который при раствореніи въ нейтральной водѣ не даетъ розового окрашивания, считается кислымъ, и его кислотность определяютъ титрованиемъ $\frac{1}{280}$ нормальной щелочью. Щелочность выражается въ ‰ — CaO .

Определение цвѣтности производится такъ: 50 гр. сахарнаго песка растворяютъ въ теплой водѣ въ колбѣ въ 100 к. с., охлаждаютъ, доливаютъ водой до черты, взбалтываютъ и растворъ фильтруютъ. Въ аппаратѣ Штаммера (см. стр. 73) сравниваютъ окраску полученнаго раствора съ окраской нормальныхъ стеколъ.

Положимъ, что поляризація сахарнаго песка была найдена 99,75, на шкалѣ колориметра Штаммера при нормальномъ стеклѣ отсчитано 160 мм., тогда цвѣтность полученнаго раствора равна $\frac{100}{160} = 0,625$, а цвѣтность самого песка на 100 его поляризаціи $= \frac{0,625 \cdot 100 \cdot 2}{99,75} = 1,26$ единицъ Штаммера.

Определение выхода рафинада (Rendement).

Подъ выходомъ рафинада (rendement) понимаютъ число, показывающее, какую часть даннаго сахарнаго песка можно получить въ видѣ рафинада. Это определение основано на предположеніи, что при рафинированіи сахара одна вѣсовая часть растворимыхъ, находящихся въ сахарномъ пескѣ, солей мѣшаетъ кристаллизаци 5 вѣсовыхъ частей тростниковаго сахара. Вслѣдствіе этого, изъ найденнаго при прямой поляризаціи количества сахара вычитаютъ пятерное количество солей и находятъ выходъ рафинада. Такъ какъ инвертный сахаръ также вредитъ рафинировкѣ, то изъ найденнаго, какъ только что указаннаго числа, необходимо, если инвертнаго сахара 0,05 и болѣе процентовъ, вычесть еще пятерное коли-

чество инвертного сахара; наконецъ, въ случаѣ кислой реакціи, и ее вводятъ въ расчетъ, вычтя изъ процентного содержанія сахара 0,25. Положимъ, напр., что сахарный песокъ имѣеть поляризацию 94,5%, солей 1,12% и инвертного сахара 0,11%, тогда его *rendement* будетъ равенъ $94,5 - (1,12 \times 5) - (0,11 \times 5) = 88,35$.

Русская свекловица содержитъ сахара 15—20%, доброкачественность ея отжатого сока 83—90, мякоти 4—5% (въ засушливые годы больше), инвертного сахара въ хорошо сохранившейся только слѣды, при плохомъ же храненіи количество его можетъ доходить до 0,5% и даже больше.

Русскій сахарный песокъ обыкновенно имѣеть поляризацию около 99,7%—99,8%, цвѣтность его 0,8—1,5 единицъ Пфаммера, золы—0,03—0,06%, воды—0,03—0,6% въ лежаломъ пескѣ количество воды повышается до 0,15—0,3% и даже больше) инвертного сахара въ хорошемъ сахарномъ пескѣ не бываетъ, въ лежаломъ же доходить 0,2 и выше.

Рафинадъ содержитъ воды 0,2—0,6%; иногда количество ея доходитъ до 1%, золы имѣеть два замѣтные слѣды.

Зерновой хлѣбъ.

Составъ зеренъ различныхъ хлѣбныхъ растеній не одинаковъ въ зависимости, какъ отъ вида, такъ и отъ климата, почвы, удобренія и разныхъ другихъ условій. Колебанія состава зерна, вообще значительными подъ влияніемъ различныхъ условій, всего сильнѣе отражаются на крахмалѣ и бѣлковыхъ веществахъ.

Въ зависимости отъ назначеній хлѣбныхъ зеренъ, ихъ подвергаютъ болѣе или менѣе полному изслѣдованію: если зерновой хлѣбъ идетъ для мукомольнаго производства, то важнее его химическій составъ и степень загрязненія посторонними веществами; если же его имѣють въ виду примѣнить для винокуреннаго или пивовареннаго производства, то, кромѣ химическаго состава, необходимо опредѣлять способность зеренъ къ прорастанію, количество перебитыхъ и поврежденныхъ зеренъ и т. п.

Опредѣленіе натуры.

Въ обыденный практикѣ хлѣбной торговли нужны простые и быстрые приемы для распознаванія питательныхъ свойствъ зерна. Для этого примѣняютъ опредѣленіе вѣса извѣстнаго объема (условно принятаго) зернового хлѣба, при чемъ считается, что тѣмъ больше этотъ вѣсъ, тѣмъ зерно лучше, и тѣмъ больше въ немъ питательныхъ веществъ. Вѣсъ извѣстнаго объема зерна и принято называть натурой хлѣба.

Хотя въ настоящее время можно считать доказаннымъ, что по натурѣ хлѣба нельзя судить объ его достоинствахъ, тѣмъ не менѣе этотъ методъ опредѣленія качества зерна является общепринятымъ.

Составъ хлѣбныхъ зеренъ въ $\frac{0}{10}$.

	Вода.	Бѣловыя вещества.	Жиръ.	Безазотист. экстракт. вещества.	Клетчатка.	Зола.
маxim.	19,10	21,37	3,57	73,77	6,34	2,68
Пшеница средн.	13,65	12,35	1,00	67,91	2,53	1,81
minim.	5,33	7,61	1,75	59,9	1,24	0,52
маxim.	19,43	16,93	2,86	72,61	4,25	2,93
Рожь среднее	15,06	11,52	1,79	67,81	2,01	1,81
minim.	8,51	7,91	0,90	60,91	1,04	1,45
маxim.	20,88	17,46	4,87	72,20	14,16	6,82
Лчмень средн.	13,77	11,14	2,16	64,93	5,31	2,69
minim.	7,23	6,20	1,03	49,11	1,96	0,60
маxim.	18,46	19,16	7,31	65,45	20,02	6,11
Овесъ среднее	12,37	10,41	5,23	57,78	11,19	3,02
minim.	7,66	6,25	2,76	42,82	6,66	1,61
маxim.	22,40	13,90	8,89	74,92	8,52	3,93
Кукуруза средн.	13,12	9,85	4,62	68,41	2,49	1,51
minim.	7,40	5,59	1,61	60,49	0,76	0,61
Просо	12,5	10,6	3,9	61,1	8,1	3,8
Рисъ шелушенный	11—12,9	6,4—6,7	0,2—0,3	79,6—80,6	следы	0,3—0,4
Гречиха шелушен.	11,93	10,30	2,81	55,81	16,43	2,72
„ не шелуш.	12,69	10,19	1,28	72,15		2,24

Въ Россіи натура зерна обыкновенно выражается вѣсомъ, въ фунтахъ, его четверти. Въ Балтійскихъ портахъ и въ нѣкоторыхъ другихъ хлѣбныхъ районахъ (Орлѣ, Ельцѣ, Самарѣ) употребляется голландскій способъ отѣтки натуры, т. е. опредѣляется вѣсъ стараго голландскаго мѣшка (0,3975 четв.) въ тройскихъ фунтахъ (1 тройскій фунтъ=0,91143 русск. торгов. фунт.).

Въ Берлинѣ натура выражается вѣсомъ литра (0,0048 чт.) въ граммахъ; въ Австро-Венгрии, южной Германіи, Франціи, Бельгіи, Голландіи, Швейцаріи, Италіи, Испаніи, Португаліи—вѣсомъ гектолитра (0,4763 чт.)

въ килограммахъ; въ Марселѣ—вѣсомъ шаржа (0,7622 чт.) въ килограммахъ; въ Англии—вѣсомъ имперскаго квартера (1,3860 чт.) или бушеля (0,1733 чт.) въ англійскихъ фунтахъ (1 англійск. торг. фунтъ = 1,10764 русск. торг. фунт.); въ Америкѣ—вѣсомъ американскаго (винчестерскаго) бушеля (0,1680 чт.) въ англійскихъ фунтахъ. Всѣ эти отмѣтки природы могутъ быть перечислены одна на другую при помощи слѣдующихъ коэффициентовъ.

Четверть въ русскихъ фунтахъ.	Четверть въ русскихъ фунтахъ.	Голландскій мѣшокъ въ тройскихъ фунтахъ.	Англ. кварталъ въ англ. фунт.	Англійскій бушель въ англ. фунтахъ.	Американскій бушель въ англійскихъ ф.	Шаржъ въ килограммахъ.	Гектолитръ въ килограммахъ.
1	0,125	0,331	1,251	0,156	0,152	0,312	0,195
8	1	2,646	10,006	1,251	1,212	2,497	1,561
3,023	0,378	1	3,781	0,473	0,458	0,944	0,590
0,800	0,100	0,264	1	0,125	0,121	0,250	0,156
6,400	0,800	2,116	8,000	1	0,969	1,997	1,248
6,600	0,825	2,184	8,259	1,032	1	2,061	1,288
3,200	0,400	1,060	4,002	0,501	0,485	1	0,625
5,128	0,641	1,690	6,411	0,801	0,776	1,600	1

Положимъ, дана натура: *a* тройскихъ фунтовъ въ голландскомъ мѣшкѣ, и нужно ее выразить въ русскихъ мѣрахъ. Тогда, въ столбцѣ—голландскій мѣшокъ въ тройскихъ фунтахъ—находимъ 1 и смотримъ, какое число ей отвѣчаетъ въ столбцѣ русскихъ мѣръ; находимъ 3,023. Умноживъ *a* на 3,023, получимъ природу въ русскихъ мѣрахъ.

Въ виду того, что натура выражается вѣсомъ большого объема зерна, на практикѣ, для удобства опредѣленія, приходится исходить изъ непосредственнаго опредѣленія вѣса какого-либо небольшого объема, и, затѣмъ, путемъ вычисленій находить природу.

Опредѣленіе вѣса этого небольшого объема производится при помощи прибора, называемаго пуркой. Непосредственно наблюдаемая натура будетъ отличаться отъ вычисленной на основаніи показанія пурки тѣмъ больше, чѣмъ 1) больше ошибка при опредѣленіи вѣса маленькаго объема, и 2) чѣмъ больше будетъ разница въ плотностяхъ заполнения мѣръ большого и малаго объема. Плотностью заполнения называется отношеніе вѣса зерна, наполняющаго мѣру, къ вѣсу воды того же объема, при

13 $\frac{1}{2}$ R . Плотность эта зависит от удѣльнаго вѣса зерна, объема и формы мѣрки, способа насыпки, способа удаленія избытка зерна (т. наз. горки), степени влажности зерна, количества и качества посторонних примѣсей и, наконецъ, случайныхъ или намѣренныхъ толчковъ, встряхиваній и т. п.

Всѣ примѣняемыя мѣрки, за исключеніемъ мѣрки главной палаты мѣръ и вѣсомъ (рис. 58), не могутъ считаться вполне удовлетворительными, потому что во всѣхъ нихъ есть мѣсто случайностямъ и произволу.

Предложенный палатой приборъ состоитъ изъ воронки *A*, нижняя часть которой имѣетъ полуцилиндрическую вырѣзку и оканчивается площадкой *в* (см. отд. черт.). Зерно, насыпанное въ эту воронку, не высыпается изъ нея, такъ какъ задерживается площадкой.

Чтобы заставить его медленно и равномерно сыпаться, устроенъ тяжелый маятникъ *B*. Къ верхней части стержня маятника придѣланъ изогнутый пруть, входящій въ вырѣзку воронки. При каждомъ качаніи маятника, пруть сбрасываетъ съ площадки *в* небольшую порцію зерна, на мѣсто которой изъ воронки поступаетъ новая порція. Выброшенное при одномъ качаніи маятника зерно попадетъ въ слѣдующую воронку *B*, принимаетъ здѣсь правильное центральное направленіе и ложится въ цилиндро-коническую мѣру *Г*. За этой порціей идетъ слѣдующая и т. д., пока *Г* не наполнится. Образующаяся при этомъ небольшихъ размѣровъ горка, при дальнѣйшемъ качаніи маятника, сбивается падающимъ зерномъ, такъ что, въ концѣ концовъ, надъ краемъ сосуда выступаетъ плоская горка, не мѣняющая своей формы и размѣровъ и потому не оказывающая вліянія на показаніе патуры при повторныхъ опытахъ съ однимъ и тѣмъ же зерномъ, чего о другихъ мѣркахъ сказать нельзя.

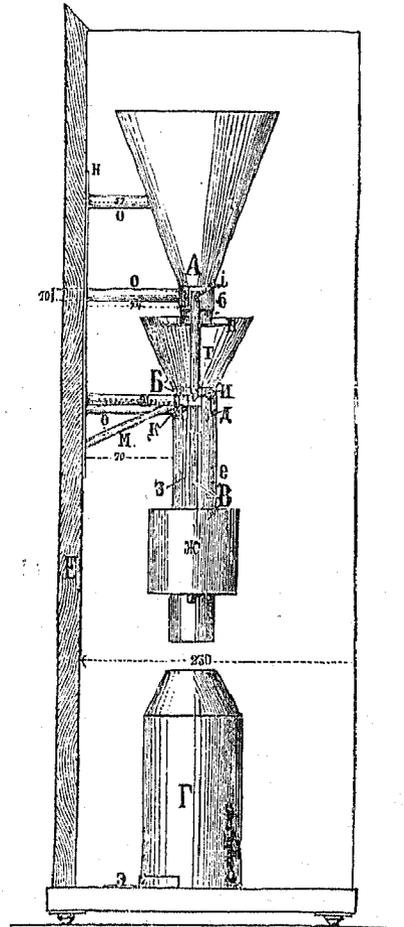
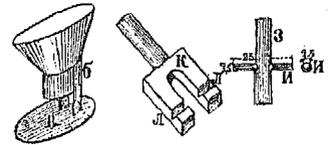


Рис. 58.

Зная вѣсъ зерна, помѣстившагося

при такихъ условіяхъ въ мѣрѣ *I*, и зная ея объемъ, можно вычислить натуру хлѣба.

На основаніи опытовъ, произведенныхъ въ Главной Палатѣ мѣръ и вѣсовъ, выяснено, что различныя натуры одного и того же рода зерна, показываемыя пуркой, зависятъ главнымъ образомъ отъ формы зеренъ, а затѣмъ отъ степени влажности и количества и рода примѣсей. Такимъ образомъ, пурка можетъ служить лишь для установленія тождественности доставленной партіи хлѣба съ условленнымъ образцомъ, если, какъ въ партіи, такъ и въ образцѣ содержится одинаковое количество влаги и одинаковое количество одного и того же рода примѣсей.

Въ Россіи чаще употребляется пурка Исаева. Она состоитъ изъ цилиндрико-конической мѣрки, на которую наставляется воронка, имѣющая раздвижное дно. При опредѣленіи натуры зерна, послѣднее рукой или совкомъ насыпается въ воронку и, затѣмъ, при открываніи дна падаетъ въ мѣрку и наполняетъ ее. Послѣ этого мѣрку, не счищая образовавшейся на верху маленькой горки, взвѣшиваютъ. Гири, приложенныя къ аппарату, показываютъ прямо вѣсъ четверти изслѣдуемаго зерна.

Опредѣленіе абсолютнаго вѣса зеренъ.

Вѣсъ нѣкотораго опредѣленнаго числа зеренъ (1000) можетъ служить весьма полезнымъ критеріемъ для сужденія о его питательности. Съ увеличеніемъ вѣса 1000 зеренъ увеличивается и объемъ ихъ, при чемъ поверхность, приходящаяся на единицу объема, уменьшается; поэтому, подвергая перемолу равныя по вѣсу количества зерна, съ меньшихъ по объему зеренъ получимъ больше малопитательныхъ оболочекъ (отрубей), чѣмъ съ крупныхъ.

Для опредѣленія абсолютнаго вѣса зеренъ поступаютъ такъ. Изъ хорошо перемѣшанной пробы отдѣляютъ небольшую кучку и изъ послѣдней подрядъ отсчитываютъ 1000 зеренъ, отбрауывая, конечно, постороннія для даннаго сорта хлѣба, засоряющія его, зерна. Затѣмъ, отобранную пробу взвѣшиваютъ.

Опредѣленіе засоренности.

Зерновой хлѣбъ никогда не бываетъ чистъ: онъ всегда содержитъ большее или меньшее количество постороннихъ примѣсей, которыя могутъ быть частью неорганическими (песокъ, пыль и т. п.), частью же органическими (солома, мякина, сѣмена сорныхъ растений и др.)

Для опредѣленія засоренности, изъ хорошо составленной средней пробы (см. стр. 20) отвѣшиваютъ около 50 гр. зерна. Высыпавъ его затѣмъ на бумагу, шпигетомъ отбираютъ чистыя зерна, и вновь взвѣшиваютъ.

Разность этихъ двухъ взвѣшиваній дастъ количество примѣсей; выразивъ ее въ процентахъ, найдемъ степень засоренности, если же изъ 100 вычесть степень засоренности, получимъ чистоту (степень чистоты).

Достоинство злаковыхъ хлѣбовъ.

		Патура (гекто- литръ въ кило- граммахъ).	Вѣсъ 1000 зеренъ.
Рожь	хорошій сортъ .	74	27
	средній „	72	23,8
	плохой „	70	22
Пшеница	хорошій „	82	38
	средній „	78	34,6
	плохой „	76	30,5
Ячмень	хорошій „	72	48
	средній „	69	42
	плохой „	66	39
Овесь	хорошій „	48	33
	средній „	42	30
	плохой „	38	27

Всхожесть зеренъ.

Зерна, не способныя прорасти, не имѣютъ никакой цѣны, какъ для сельскаго хозяйства, въ качествѣ посѣвныхъ сѣмянъ, такъ и для пригото-
вления солода, потому что въ нихъ не образуется диастаза. Въ виду этого, качество зерна будетъ тѣмъ выше, чѣмъ больше въ немъ процентъ зе-
ренъ, способныхъ къ прорастанію.

Опредѣленіе всхожести сѣмянъ (способности къ прорастанію) произ-
водится такъ: 200 зеренъ замачиваютъ въ водѣ (тѣмъ зерно крупнѣе, тѣмъ продолжительность замочки дольше; — для ячменя около 10 часовъ) и заворачиваютъ въ смоченную фильтровальную бумагу. Затѣмъ оставля-
ютъ зерна въ покоѣ на 4—12 дней, все время поддерживая влажность бумаги. Черезъ болѣе или менѣе продолжительное время, въ зависимости отъ рода сѣмянъ, подсчитываютъ, какое количество зеренъ дало ростки. Не прорастающими считаются сѣмена, которыя разбухли, но ростка не дали; обыкновенно такіа сѣмена скоро портятся, покрываются плѣсенью и т. п.

Для рѣшенія вопроса о степени всхожести пользуются нормами всхо-
жести, установленными на основаніи многочисленныхъ наблюденій. Для

пшеницы, ржи и ячменя она—95⁰/₀, для овса и кукурузы 90⁰/₀, для гречихи 70⁰/₀, для льна и конопли 90⁰/₀.

Определение влажности.

Для определения влажности отвѣшиваютъ 5—10 гр. крупно молотого зерна, сушатъ его въ стаканчикѣ часа 4 въ воздушной банѣ при 105°, даютъ остыть въ эксиккаторѣ, и потерю въ вѣсѣ пересчитываютъ на проценты.

По способу Гофмана влажность зерна можно опредѣлить въ 20—25

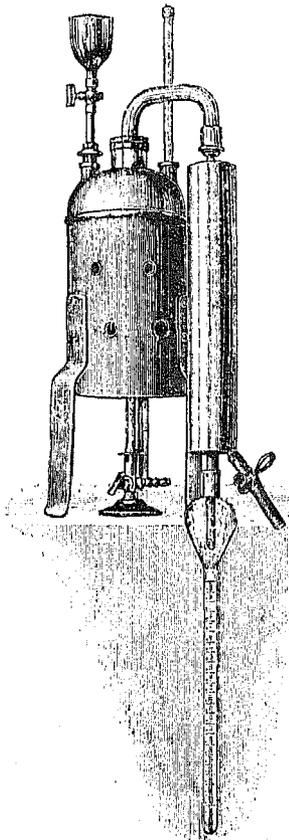


Рис. 59.

минуть. Его приборъ (рис. 59), состоитъ изъ мѣднаго куба, на который навинчивается воронка съ краномъ, термометръ и отводная трубка для выдѣляющихся паровъ. Эта трубка соединена съ холодильникомъ, который оканчивается измѣрительной трубкой, имѣющей дѣленія на $\frac{1}{10}$ к. с. Для опредѣленія влажности наливаютъ въ кубъ 200 к. с. смазочнаго масла, 10 к. с. скипидара и затѣмъ всыпаютъ 100 гр. испытуемаго зерна. После этого кубъ нагреваютъ въ 5 минутъ до 180°, каковую температуру и поддерживаютъ для ячменя, ржи и овса 5 минутъ, для пшеницы—6 минутъ, для кукурузы—16 мин., затѣмъ впускаютъ въ кубъ изъ воронки 50 к. с. предварительно налитого въ нее скипидара и нагреваютъ до 200°. По достиженіи этой температуры, ее понижаютъ уменьшеніемъ пламени до 180°. Пары воды, бывшей въ зернѣ, и скипидара сгущаются въ отводной трубкѣ, охлаждаемой водой, и собираются въ измѣрительной трубкѣ. Въ тотъ моментъ, когда температура упала до 180°, отсчитываютъ

уровень жидкости, т. е. содержаніе воды въ кубич. сантиметрахъ. Эта величина и будетъ влажность въ процентахъ.

Определение клетчатки.

Принципъ опредѣленія клетчатки въ зернахъ состоитъ въ томъ, что измельченные въ тонкую муку зерна подвергаютъ обработкѣ растворите-

ляни (сѣрной кислотой и ѣдкимъ кали), которые растворяютъ все вещества, входящія въ составъ муки, кромѣ клѣтчатки. Слабая сѣрная кислота переводитъ въ растворимые углеводы крахмалъ, ѣдкое кали переводитъ въ растворъ бѣлковыя вещества и удаляетъ жиры, обмыливая его.

Опредѣленіе производится такъ. Около 3 гр. муки обливаютъ въ стаканѣ 200 к. с. сѣрной кислоты, 1,25%, доводятъ до кипѣнія и кипятятъ въ теченіе полчаса. При этомъ надо заботиться, чтобы жидкость не выбросилась изъ стакана, и чтобы концентрація сѣрной кислоты не измѣнялась отъ выкипанія воды, для чего на уровнѣ кислоты снаружи стакана приклеиваютъ полоску бумаги и по мѣрѣ выкипанія приливаютъ горячей воды до полоски. По окончаніи кипяченія, стаканъ снимаютъ съ огня, даютъ осадку отсѣсть и фильтруютъ жидкость при помощи сифона, нижній конецъ котораго закрытъ кружкомъ войлока ¹⁾, какъ видно на рисункѣ стр. 209, наблюдая, чтобы войлокъ не прикасался къ осадку. Воздухъ въ конической колбѣ слабо, на 5—10 мм., разрѣжается водянымъ насосомъ. Если фильтрованіе идетъ трудно вълѣдствіе засоренія войлока, то надо попытаться промыть фильтръ струей воды изъ промывалки. Если и это не помогаетъ, нужно перемѣнить войлокъ ²⁾. После этого наливаютъ въ стаканъ горячей воды (около 200 к. с.); перемѣшавъ и давъ отстояться, снова отсасываютъ черезъ тотъ же фильтръ. Промываніе горячей водой повторяютъ два раза. Затѣмъ обливаютъ вещество въ стаканѣ 200 к. с. раствора ѣдкого кали, 1,25%, нагреваютъ до кипѣнія и кипятятъ 1/2 часа, добавляя горячей воды взаимѣнъ испарившейся. Затѣмъ раствору даютъ совершенно охладиться, отфильтровываютъ его черезъ тотъ же войлочный ныхъ и промываютъ вновь 2 раза горячей водой. Затѣмъ, обливъ осадокъ водой и прибавивъ капли двѣ разведенной соляной кислоты, смываютъ осадокъ водой на высунувшій до постояннаго вѣса и взвѣшенный фильтръ, промываютъ два раза горячей водой, спиртомъ, эфиромъ, высушиваютъ до постояннаго вѣса при 100—105° и взвѣшиваютъ.

Опредѣленіе бѣлковъ.

Опредѣленіе бѣлковъ вычисляется обыкновенно изъ количества найденнаго азота (см. стр. 151).

Опредѣленіе крахмала производится такъ же, какъ описано на стр. 141.

¹⁾ Для этой цѣли употребляется толстый фортепьянный войлокъ. Изъ него выѣлкой для ружейныхъ ныхъ вырубаютъ кружочки, которые плотно должны входить въ нижній расширенный конекъ сифона.

²⁾ Въмѣсто войлока можно употреблять кнею, сложенную во много рядовъ и натянутую на конекъ сифона.

О п р е д ѣ л е н і е ж и р а .

Определение жира производится при помощи экстракционного аппарата Сокеле (см. стр. 215). 5—10 гр. измолотого вещества помещают въ бумажную гильзу, которая затѣмъ опускается въ воронку Сокеле. Извлечение жира производится при помощи эфира такъ. Черезъ верхній конецъ вертикальнаго холодильника приливаютъ эфира до тѣхъ поръ, пока онъ не покроетъ гильзу съ веществомъ и не перетечетъ по сифонной трубкѣ въ колбочку. Затѣмъ еще прибавляютъ 20—25 к. с. эфира. Колбочку помещаютъ въ водяную баню, въ которой поддерживаютъ температуру около 50°. Дѣйствіе аппарата описано на стр. 215. Для полнаго извлечения жира при правильномъ функционированіи аппарата достаточно 4—6 часовъ. Когда извлечение жира окончено, разбираютъ приборъ и, соединивъ колбочку съ холодильникомъ, эфиръ отгоняютъ, а оставшійся жиръ высушиваютъ на водяной банѣ, все время пропускавая токъ водорода. Затѣмъ, колбочку съ жиромъ взвѣшиваютъ, и такимъ образомъ находятъ количество жира въ изслѣдуемомъ веществѣ.

М у к а .

Материаломъ для приготовленія муки служатъ главнымъ образомъ зерна злаковъ (пшеницы, ржи) и кромѣ того, горохъ, картофель и т. н. Питательное значеніе определенныхъ частей зерна не одинаково: наибольшей питательностью обладаетъ мучнистое тѣло, наименьшей — оболочки и зародышъ. Поэтому при хорошемъ помолѣ наименѣе цѣнныя части зерна, по возможности, удаляются и поступаютъ въ отруби.

При изслѣдованіи муки обращаютъ вниманіе на ея физическія свойства, химическій составъ, качество и количество постороннихъ, частью вредныхъ, примѣсей, и иногда производятъ кромѣ того изслѣдованіе подъ микроскопомъ съ цѣлью опредѣлить происхожденіе муки.

Ф и з и ч е с к о е и з с л ѣ д о в а н і е м у к и .

При физическомъ изслѣдованіи муки обращаютъ вниманіе на ея внѣшній видъ, на оцупъ, цвѣтъ, запахъ, вкусъ, мелкость помола и присутствіе въ ней грубыхъ примѣсей.

Хорошая мука должна имѣть чуть сладковатый вкусъ, безъ горькаго или кислаго привкуса и пріятный запахъ. Въ нѣкоторыхъ случаяхъ затхлый запахъ проявляется особенно ясно, если муку прокипятить съ водою или лучше съ разбавленною щелочью.

Въ случаѣ, если мука заражена мучнымъ клещемъ, она пріобрѣтаетъ характерный медовый запахъ. Для открытія присутствія мучного клеща около 10 гр. муки помещаютъ въ широкую лежащую пробирку, роговой

ложечкой распредѣляютъ муку по стѣнкамъ и выглаживаютъ осторожно поверхность полученнаго такимъ образомъ слоя. Послѣ этого незапятную мукой часть пробирки (главнымъ образомъ ту ея часть, которая приходится надъ мукой), очищаютъ кисточкой. Если теперь, заткнувъ пробирку, оставить ее въ покоѣ дня на 2, то въ случаѣ присутствія мучного клеща въ толщѣ муки будутъ замѣтны прорытые ходы и, кромѣ того, на непокрытыхъ мукой частяхъ пробирки видны будутъ слѣды тѣхъ путей, по которымъ клещи передвигались.

На ощупь мука должна быть сухой, нѣжной и, хотя и мелкой, но зернистой; при сжиманіи въ кулакѣ она должна хрустѣть, при разжиманіи же кулака не должна оставаться въ видѣ комка, но рассыпаться. Если комки остаются, то это указываетъ на чрезмѣрную ея влажность, особенно если при этомъ рукой чувствуется холодъ.

Мука должна быть средняго помола. Для полученія хорошаго хлѣба не годится мука ни слишкомъ грубаго помола, ни слишкомъ мелкаго. Лучшей мукой считается такая, которая при просѣиваніи ея черезъ сито съ отверстіями въ 0,22 мм. діаметромъ оставляетъ на ситѣ не болѣе 20% крупныхъ частицъ.

Хорошая пшеничная мука бываетъ желтовато-бѣлаго цвѣта безъ голубоватаго или красноватаго оттѣнка и безъ черныхъ или сѣрыхъ точекъ. Ржаная мука должна имѣть сѣровато-бѣлый цвѣтъ.

Для опредѣленія цвѣта муки и особенно для сравненія цвѣта двухъ или нѣсколькихъ образцовъ поступаютъ такъ. На черную неблестящую дощечку насыпаютъ продолговатую кучку муки, разравниваютъ ее не сечень толстымъ слоемъ и придавливаютъ сверху стеклянной пластинкой, при чемъ получается ровная поверхность, на которой хорошо замѣтны, особенно въ луну, точки и другія загрязненія. Если имѣется въ виду сравнить нѣсколько образцовъ муки, то изъ каждаго образца дѣлаютъ, какъ только что указано, кучку и послѣ того, какъ она будетъ разровнена стекломъ, края ея обрѣзаютъ такъ, чтобы получился прямоугольникъ. Затѣмъ, всеъ полученные такимъ образомъ прямоугольники осторожно сдвигаютъ до взаимнаго соприкосновенія и вновь заглаживаютъ стекломъ такъ, чтобы не было замѣтно бороздъ, отдѣляющихъ одинъ прямоугольникъ отъ другого. Разница въ цвѣтѣ отдѣльныхъ сортовъ муки при этомъ дѣлается особенно замѣтной.

Присутствіе грубыхъ примѣсей легко замѣтить при разжевываніи муки. Если мука хруститъ на зубахъ, то это указываетъ на присутствіе большого количества жернового песка.

Для открытія минеральныхъ примѣсей часто пользуются хлороформенной пробой. Въ пробирку наливаютъ около 20 к. с. хлороформа и, всыпавъ туда грамма два муки, сильно забалтываютъ и, затѣмъ, оставля-

ють отстаиваться. При этомъ мука собирается вверху, а удѣльно болѣе тяжелыя минеральныя примѣси падаютъ на дно.

Опредѣленіе клейковины.

Для пшеничной муки очень характерно присутствіе клейковины. Клейковина представляетъ изъ себя смѣсь бѣлковыхъ веществъ, не растворимыхъ въ холодной водѣ. Какъ бѣлковое вещество, клейковина имѣетъ большое питательное значеніе, кромѣ того присутствіе ея обуславливаетъ полученіе изъ муки хорошаго хлѣба, потому что клейковина, обладая способностью при повышенной температурѣ (температурѣ печенія хлѣба) разбухать, разрыхляетъ тѣсто и облегчаетъ этимъ пропитаніе въ него слюны и желудочнаго сока.

Наблюдается тѣсная связь между свойствами клейковины и свойствами муки. Мука перенрѣвная, подмокшая и снова высушенная, слежавшаяся, затхлая и т. п., даетъ клейковину дурного качества.

Для опредѣленія клейковины въ пшеничной мукѣ по Боланду 30 гр. муки размѣшиваютъ въ ступкѣ съ 15 гр. воды и, оставивъ постоять въ теченіе 1—3 часовъ, переносятъ затѣмъ на кисею или тонкое волосное сито, и токомъ воды отмываютъ отъ клейковины крахмалъ и другія растворимыя въ водѣ вещества до тѣхъ поръ, пока вода

не пойдетъ совершенно прозрачной. Во время промыванія клейковину необходимо разминать. Полученная такимъ образомъ масса представляетъ изъ себя желтовато-бѣлое, эластичное вещество, легко растягивающееся въ тонкія нити. Малая тягучесть и желтый цвѣтъ клейковины указываютъ на дурныя качества пшеничной муки и на подмѣсь къ ней муки другихъ растений; такъ, клейковина темнаго цвѣта съ бурными пятнышками показываетъ подмѣсь ржаной муки. Количество полученной клейковины опредѣляютъ высушиваніемъ ея до постояннаго вѣса при 110—125°.

Подмѣсь къ пшеничной мукѣ муки другихъ растений сильно понижаетъ количество клейковины. Въ хорошихъ сортахъ пшеничной муки количество сухой клейковины—10—12⁰/₀ (влажной, только что полученной—25—30⁰/₀).

Такъ какъ достоинство хлѣба зависитъ, какъ указано выше, отъ способности клейковины разбухать при нагреваніи, то иногда опредѣляютъ, насколько увеличивается объемъ клейковины при ея нагреваніи до 150°. Это опредѣленіе производится при помощи алеурометра. Алеурометръ (рис. 60), представляетъ изъ себя закрытый снизу цилиндръ, сквозь крышку

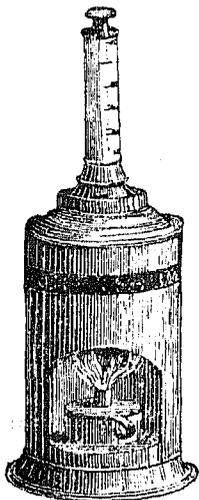


Рис. 60.

котораго проходит подвижной поршень, снабженный на верхнем концѣ дѣлениями отъ 25 до 50. Въ нижнюю часть цилиндра, подѣ поршень, помещается 15 гр. влажной клейковины, затѣмъ цилиндръ ставятъ въ ванну, нагрѣтую до 150° (температура печенія хлѣба). Заключенная въ клейковинѣ вода превращается въ парь и растягиваетъ массу тѣмъ сильнѣе, чѣмъ послѣдняя болѣе тягуча. Поршень вслѣдствіе этого поднимается, и по шкалѣ можно прочесть величину растяженія. Если приборъ показываетъ меньше 25, то мука негодна для хлѣба. Для хорошей муки показаніе должно быть не меньше 30.

Опредѣленіе бѣлковыхъ веществъ.

Для сужденія о количествѣ бѣлковыхъ веществъ въ мукѣ не достаточно опредѣлить количество клейковины, потому что клейковина состоитъ только изъ нерастворимыхъ въ водѣ бѣлковыхъ веществъ, а въ мукѣ находятся и растворимые бѣлки. Для опредѣленія количества бѣлковъ въ мукѣ можно воспользоваться опредѣленіемъ въ ней азота и, умноживъ найденное количество азота на 6,25, вычислить такимъ образомъ общее количество бѣлковъ. (см. стр. 150).

Опредѣленіе воды производится высушиваніемъ до постояннаго вѣса 3—5 гр. муки при 100°. Хорошая сыромолотая мука (пшеничная и ржаная) должна содержать не болѣе 15% воды, овинная мука не болѣе 10—11%.

Опредѣленіе клѣтчатки см. стр. 230.

Пшеничная мука фальсифицируется часто отрубями или болѣе плохими сортами пшеничной же муки, содержащими отруби. Такую поддѣлку довольно хорошо можно доказать опредѣленіемъ клѣтчатки. Въ хорошихъ сортахъ пшеничной муки количество клѣтчатки бываетъ около 0,5%, въ фальсифицированныхъ же значительно больше.

Опредѣленіе углеводовъ см. стр. 141.

Опредѣленіе золы.

Пшеничная мука представляетъ изъ себя продуктъ, весьма часто подвергающійся всевозможнымъ поддѣлкамъ. Съ этой цѣлью, къ ней подмѣшиваются минеральныя вещества, различные пшение сорта муки другихъ растений и т. п.

Подмѣсь къ пшеничной мукѣ минеральныхъ веществъ практикуется съ двойной цѣлью: или для того, чтобы увеличить вѣсъ муки насчетъ малоцѣннаго продукта, или, чтобы улучшить качество непорочной муки. Въ первомъ случаѣ употребляютъ молотыя кости, мѣль, гипсъ, баритъ, алебастръ, бѣлую глину и т. п., во второмъ же, преимущественно квасцы,

цинковый и мѣдный купоросъ, прибавка которыхъ имѣеть свойство (необъясненное) возвращать испорченной мукѣ способность давать хорошее тѣсто. Хотя для этого нужно примѣшать къ испорченной мукѣ часто сравнительно малыя количества, напр., квасцовъ или цинковаго купороса, тѣмъ не менѣе, такъ какъ эти подмѣси далеко не безвредны, то улучшение муки при помощи этихъ веществъ должно быть строго преслѣдуемо.

Для открытія минеральныхъ примѣсей въ мукѣ ее озоляютъ, и по количеству золы можно бываетъ судить о присутствіи примѣсей перваго рода. Для того же, чтобы доказать присутствіе примѣсей втораго рода, которыя, какъ только что указано, могутъ быть въ небольшомъ количествѣ, необходимо произвести качественный анализъ золы.

Зола опредѣляется осторожнымъ сжиганіемъ въ тиглѣ навѣски муки 5—10 гр. При озоленіи необходимо нагрѣваніе вести въ высшей степени осторожно, на маломъ огнѣ, дабы зола не сплавилась, что поведетъ за собой трудное выгораніе органическаго вещества. Если тѣмъ не менѣе зола сплавилась, и органическое вещество стало трудно сгорать, то, никоимъ образомъ, не слѣдуетъ увеличивать пламя, потому что это поведетъ къ улетучиванію части щелочей. Для того, чтобы исправить опредѣленіе, можно обработать сплавившуюся золу водою и отфильтровать черезъ маленькій фильтръ уголь; высушивъ фильтръ, можно сжечь его съ углемъ въ тиглѣ и послѣ полнаго сжиганія угля, что пойдетъ теперь легко, въ томъ же тиглѣ выпарить фильтратъ на водяной банѣ, и затѣмъ осторожно прокалить.

Количество золы въ хорошей мукѣ бываетъ обыкновенно около 0,5—0,8%.

Въ случаѣ, если золы оказалось значительно больше указанной нормы, ее подвергаютъ качественному анализу, который является также необходимымъ и въ томъ случаѣ, если есть подозрѣніе, что мука улучшена примѣсями втораго рода (см. выше).

Кромѣ только что описаннаго, наиболѣе точнаго, обыкновеннаго метода опредѣленія присутствія минеральныхъ примѣсей, иногда, ради быстроты, прибѣгаютъ къ другому методу, основанному на отдѣленіи муки отъ минеральныхъ подмѣсей по ихъ удѣльному вѣсу. Если муку, содержащую минеральную примѣсь, взбалтать въ пробиркѣ съ хлороформомъ, то мука соберется вверху, а всѣ примѣси упадутъ внизъ. Осѣвшій на дно пробирки осадокъ подвергается дальнѣйшему изслѣдованію. Песокъ легко узнается по вѣшнему виду и по нерастворимости его въ крѣпкихъ кислотахъ. Въ случаѣ подмѣси молотыхъ костей, осадокъ, при обработкѣ его соляной кислотой, растворится, и полученный растворъ дастъ со щавелевокислымъ аммоніемъ бѣлый осадокъ, не растворимый въ уксусной кислотѣ, растворимый въ соляной, и вновь появляющійся при нейтрализа-

ці раствора амміакомъ. Крімъ того, испытываютъ солянокислый растворъ на фосфорную кислоту (желтый осадокъ отъ молибденово—кислаго аммонія). Подмѣсъ мѣла узнается по вскипанію съ кислотами. Подмѣсъ гипса доказывается кипяченіемъ минеральнаго осадка съ водой и пробой отфильтрованнаго раствора при помощи хлористаго барія. Реакція на квасцы производится такъ: осадокъ растворяютъ въ водѣ, подкисленной соляной кислотой, и въ одной части опредѣляютъ сѣрную кислоту, а въ другой алюминій. Присутствіе мѣднаго купороса лучше всего доказывается раствореніемъ зола въ соляной кислотѣ и пробой съ амміакомъ (голубое окрашиваніе) или съ сѣроводородомъ (черный осадокъ). Что касается цинковаго купороса, то онъ въ золѣ опредѣленъ быть не можетъ, ибо получающійся при этомъ цинкъ улетаетъ. Очень точно открытіе цинковаго купороса производится такъ. Берутъ 100—200 гр. испытуемой муки, смѣшиваютъ ее съ подкисленной соляной кислотой водой и смѣсь подвергаютъ діализу. Діализатъ сгущаютъ, нейтрализуютъ и осаждаютъ уксуснокислымъ натріемъ. Фильтратъ пересыщаютъ уксусной кислотой и осаждаютъ цинкъ сѣроводородомъ. Осадокъ сѣрнистаго цинка растворяютъ въ азотной кислотѣ, снова осаждаютъ содой, осадокъ отфильтровываютъ, сушатъ и, послѣ прокалыванія, взвѣшиваютъ окись цинка.

Подмѣсъ муки другихъ растеній.

Пшеничная мука довольно часто фальсифицируется прибавленіемъ къ ней болѣе дешевыхъ сортовъ муки другихъ растеній. Химическій анализъ въ такомъ случаѣ рѣдко можетъ дать вполне несомнѣнные результаты, и приходится обращаться къ анализу подъ микроскопомъ зеренъ крахмала, у разныхъ растеній имѣющихъ различную величину и различный видъ, какъ это указано при крахмалѣ. Крімъ того видъ оболочекъ зеренъ, всегда присутствующихъ въ муцѣ, точно такъ же можетъ дать указаніе на растеніе, изъ котораго приготовлена мука. (Ислѣдованіе муки по виду оболочекъ зеренъ см. König. Die Untersuchung landwirtschaftlich und gewerblich wichtiger Stoffe).

Разсмотримъ открытіе нѣкоторыхъ случаевъ фальсификаціи, наиболее часто встрѣчающейся.

Примѣсъ картофельной муки къ пшеничной значительно измѣняетъ ея свойства: при 25% картофельной муки пшеничная мука дѣлается разсыпчатой и почти не выходитъ, процентное содержаніе клейковины сильно понижается, цвѣтъ ея становится зеленовато-желтымъ; въ алеурометрѣ такая клейковина мало увеличивается въ объемѣ. Ислѣдованіе крахмальныхъ зеренъ подъ микроскопомъ въ этомъ случаѣ ведется такъ. Крахмалъ, отмученный изъ испытуемой муки, обрабатываютъ на

предметномъ стеклынкѣ каплей слабаго раствора йодаго натра (прибл. 2%). Зерна картофельнаго крахмала при этомъ настолько сильно разбухаютъ и становятся столь прозрачными, что ихъ бываетъ трудно различить, а зерна пшеничнаго крахмала при такой обработкѣ почти совершенно не измѣняются. Если теперь смочить обработанный такимъ образомъ крахмалъ слабымъ растворомъ йода въ йодистомъ калии, то разбухшій картофельный крахмалъ будетъ ясно виденъ.

Подмѣсь ржаной муки дѣлаетъ клейковину очень вязкой, неоднородной, темнаго цвѣта, съ бурыми крупинками. Нѣсколько большее, чѣмъ нормально, количество золы можетъ служить указаніемъ на подмѣсь ржаной муки, болѣе богатой зольными составными частями.

Въ случаѣ примѣси муки бобовыхъ растеній къ пшеничной мукѣ замѣчается повышеніе количества азота, ибо бобовыя растенія содержатъ азота больше, чѣмъ пшеничная мука. Клейковина такой подмѣшанной муки имѣетъ зеленоватый цвѣтъ.

Открытие куколя.

Въ пшеничной мукѣ иногда встрѣчаются ядовитыя примѣси, попадающія туда вълѣдствіе недостаточной очистки пшеницы отъ сорныхъ растеній. Чаще попадется куколя. Открытіе куколя путемъ выдѣленія заключающагося въ немъ глюкозида — сапонина производится по Петерману слѣд. образомъ: 500 гр. муки настаиваютъ съ 1000 к. с. 85% спирта на водяной банѣ; спиртовая, еще горячая, вытяжка отфильтровывается. Къ фильтрату прибавляютъ абсолютнаго спирта. Полученный осадокъ отфильтровываютъ, промываютъ спиртомъ и высушиваютъ. Высушенное вещество обрабатываютъ горячей водой и къ профильтрованной водной жидкости вновь прибавляютъ абсолютнаго спирта. Высушенный полученный при этомъ осадокъ, получаютъ желтоваго-бѣлый порошокъ, имѣющій горькій, жгучій вкусъ, легко растворимый въ водѣ. Водный растворъ этого вещества даетъ при взбалтываніи долго не исчезающую пѣну.

Въ качествѣ повѣрочныхъ реакцій на глюкозидъ можно воспользоваться слѣдующими: 1) Къ водному раствору приливаютъ немного амміачной окиси серебра и нагреваютъ; въ случаѣ присутствія сапонина происходитъ выдѣленіе металлическаго серебра. 2) Къ водному раствору прибавляютъ феллинговой жидкости и нагреваютъ — выдѣленія закиси мѣди не должно быть, если осадокъ, полученный отъ абсолютнаго спирта, не содержитъ глюкозы, если-же водный растворъ передъ прибавленіемъ феллинговой жидкости покипятить съ нѣсколькими каплями соляной кислоты, то, затѣмъ, при кипяченіи съ феллинговой жидкостью получается красный оса-

докъ закиси мѣди. 3) Свинцовый уксусъ выдѣлаетъ изъ воднаго раствора осадокъ, танинъ не даетъ осадка.

По Мединусу и Коберу для открытiя куколя муку прежде всего обезжириваютъ въ аппаратѣ Соксле при помощи петролейнаго эфира; затѣмъ, 20 гр. такой муки обрабатываютъ при нагрѣванiи смѣсью изъ 80 гр. хлороформа и 20 гр. абсолютнаго спирта. Полученный спирто-хлороформенный растворъ быстро отфильтровываютъ при помощи отсасыванiя, и фильтратъ выпариваютъ на банѣ. Чистая пшеничная мука при этой обработкѣ даетъ ничтожное количество желтоватаго вещества, въ случаѣ же присутствiя куколя получается остатокъ значительно большей величины. Полученный остатокъ обрабатываютъ небольшимъ количествомъ воды и вновь отфильтровываютъ; фильтратъ выпариваютъ. Въ случаѣ чистой муки получается ничтожный налетъ, если же въ мукѣ былъ куколя, то остается довольно значительный остатокъ почти совершенно бѣлаго цвѣта. Если теперь къ этому остатку прибавить нѣсколько капель концентрированной сѣрной кислоты, то, въ случаѣ присутствiя куколя, получается сначала желтое, затѣмъ буро-красное окрашиванiе; съ чистой-же мукой никакого окрашиванiя не наблюдается, даже черезъ 2 часа. Если въ мукѣ куколя очень мало, то приходится обрабатывать, какъ указано выше, большiя порцiи. Для большей увѣренности параллельно съ изслѣдуемой мукой ставить опыты съ завѣдомо чистымъ продуктомъ.

По Фоглю, присутствiе куколя можетъ быть открыто слѣдующимъ путемъ. 2 гр. муки взбалтываются съ 10 к. с. спирта (70%), содержащаго 5% соляной кислоты. Въ присутствiи куколя, спиртъ окрашивается въ оранжево-желтый цвѣтъ, тогда какъ при чистой пшеничной и ржаной мукѣ онъ остается совершенно безцвѣтнымъ, а овсяная и ячменная мука даютъ при этихъ условiяхъ очень блѣдную, желтоватую окраску.

По опредѣленiю Медицинскаго Совѣта, мука не должна содержать болѣе 0,25% куколя.

Ислѣдованiе муки по способу Раковича.

Способъ изслѣдованiя муки, по Раковичу, основанъ на различiи въ удѣльныхъ вѣсахъ веществъ, входящихъ въ составъ муки. Раздѣленiе этихъ веществъ по ихъ удѣльному вѣсу производится при помощи хлороформа. Самый приборъ Раковича и работа съ нимъ очень не сложны, а между тѣмъ по этому способу можно получить, по крайней мѣрѣ, относительно ржаной муки, очень цѣпныя свѣдѣнiя, какъ относительно фальсификацiи, такъ и относительно тѣхъ измѣненiй, которымъ подверглась мука при небрежномъ ея сохраненiи.

Приборъ Раковича состоитъ изъ нѣсколькихъ пробирокъ, раздѣленныхъ на 36 равныхъ дѣленiй, изъ которыхъ каждое равно 0,5 к. с. Къ

пробиркамъ прилагается мѣрка для употребленія при анализѣ всегда одного и того-же количества муки. Въ пробирку наливаютъ до 24-го дѣленія хлороформа и въ хлороформѣ всыпаютъ мѣрку муки. Плотно закрывъ пробирку пробкой, взбалтываютъ ея содержимое нѣсколько секундъ, и потомъ переливаніемъ жидкости изъ конца въ конецъ смываютъ частички муки, пристающія къ стѣнкамъ, послѣ чего пробирку ставятъ вертикально, и даютъ отстояться смѣси. При этомъ мука, взмученная въ хлороформѣ, раздѣляется на нѣсколько слоевъ, различающихся другъ отъ друга по цвѣту. По наружному виду, объему и свойствамъ этихъ слоевъ и производится сужденіе о достоинствѣ анализируемой муки. Самый верхній слой образованъ отрубями. Если выдѣлившіеся отруби будутъ состоятъ изъ частицъ одинаковой величины, окрашенныхъ равномерно въ желтовато-коричневый цвѣтъ, и слой ихъ будетъ стоять выше первоначальнаго уровня хлороформа, т. е. выше 24-го дѣленія, на 2 дѣленія, то испытываемая мука вполне удовлетворяетъ требованіямъ хорошаго сорта, такъ какъ однообразный цвѣтъ и малый удѣльный вѣсъ выдѣлившихся отрубей указываютъ на тщательное отдѣленіе питательныхъ веществъ зерна отъ его болѣе легкой и непитательной оболочки. Когда отруби крупны, коричневаго цвѣта, и слой ихъ опускается ниже 24-го дѣленія на 2 или 3 дѣленія, то сортъ муки принадлежитъ къ грубымъ, и онъ будетъ тѣмъ грубѣе, чѣмъ ниже опустится слой отрубей. Пониженіе на одно дѣленіе указываетъ на то, что мука принадлежитъ къ среднему сорту, наиболѣе употребительному.

По опытамъ Раковича, каждому дѣленію, наполненному отрубями, соответствуетъ 2,5 фунта отрубей на 1 пудъ муки.

О количествѣ жернового песка, находящагося въ мукѣ, судить по величинѣ нижняго слоя. Пробирка Раковича въ нижней своей части зачернена на такую высоту, которая отвѣчаетъ въ среднемъ 30 золотникамъ песка въ пудѣ муки, т. е. это зачерненное пространство по столько разъ меньше объема, занимаемаго 30 золотниками песка, во столько разъ объемъ мѣрки меньше объема, занимаемаго однимъ пудомъ муки. При хлороформной пробѣ легко обнаруживается подмѣсъ и другихъ минеральныхъ веществъ,

свѣжесть и испорченность муки опредѣляется тѣмъ, что при свѣжей мукѣ слой хлороформа оказывается непрозрачнымъ, молочно-мутнымъ даже при продолжительномъ стоянціи пробы; только въ томъ случаѣ, когда мука, хотя и свѣжа, но содержитъ много влаги, непрозрачная жидкость свѣдлѣветъ, но при этомъ вся мука собирается въ однородную массу кверху, и въ ней нельзя отличить отдѣльныхъ частицъ.

Пригорѣлая, испорченная мука окрашиваетъ хлороформъ въ темный, иногда бурый, цвѣтъ, исчезающій при долгомъ стоянціи, послѣ чего жидкость становится прозрачною и безцвѣтною.

При изслѣдованіи сдобренной, т. е. представляющей смѣсь испорченной и свѣжей, муки замѣчается образованіе подотрубного слоя, указывающаго на присутствіе испорченной муки, и кромѣ того, наблюдается молочный цвѣтъ хлороформа, что указываетъ на присутствіе хорошей муки.

По способу Раковича можно опредѣлить и влажность муки. Мука можетъ быть приготовлена изъ ржи искусственно высушенной въ овинахъ, или изъ невысушенной ржи. Въ первомъ случаѣ получится овинная мука, во второмъ—сыромолотая. Въ то время, какъ въ овинной мукѣ воды бываетъ 10—15%, въ сыромолотой количество ея доходитъ до 20%. Большое содержаніе воды указываетъ, что мука подмочена. При изслѣдованіи муки на ея сухость, оставляютъ пробу, послѣ ея взбалтыванія съ хлороформомъ, стоять часа 2—3, послѣ чего мука 1) или вся поднимается вверхъ въ видѣ однородной массы, а хлороформъ остается чистымъ и прозрачнымъ, какъ вода—такая мука должна считаться подмоченной; 2) или мука поднимается вверхъ, распадаясь на три слоя: коричневый—отрубь, желтый—клейковина, бѣлый—крахмалъ; хлороформъ же будетъ имѣть молочный цвѣтъ; такая мука должна считаться сыромолотой, и количество воды въ ней будетъ тѣмъ больше, чѣмъ меньше въ ней будутъ разграничены отдѣльные слои. 3) Если же мука поднимается кверху, а часть крахмала осѣдаетъ на дно пробирки то мука была овинной.

Только что описанныя явленія даютъ ужь нѣкоторое указаніе на содержаніе воды въ мукѣ. Чтобы еще болѣе точно опредѣлить ея влажность, къ хлороформу прибавляютъ 95% спиртъ въ большемъ или меньшемъ количествѣ и наблюдаютъ, что происходитъ съ мукой. Если мука содержитъ не болѣе 10% влаги, то отъ прибавленія къ хлороформу трехъ дѣлений спирта осѣдаетъ на дно пробирки вся мука; при этомъ замѣчается слѣдующая постепенность: отъ прибавленія половины дѣленія осаждаются одинъ только крахмалъ, въ концѣ прибавленія двухъ дѣлений начинаютъ осаждаться отруби, отъ третьяго же дѣленія—вся остальная масса муки. Эти явленія наблюдаются только для овинной муки, но въ нѣкоторыхъ случаяхъ тоже замѣчается и для муки подмоченной и потомъ высушенной. Чтобы рѣшить этотъ вопросъ, обращаютъ вниманіе на видъ хлороформенной жидкости: если она молочнобѣлаго цвѣта, то мука не была подмочена, если же жидкость совершенно прозрачна, то мука является очень подозрительной.

Если въ мукѣ количество влаги 10—15%, то вся мука осаждается на дно отъ прибавленія четырехъ дѣлений спирта: отъ перваго осаждаются крахмалъ, отъ 2—3 отруби, отъ 4-аго вся мука. Такая мука будетъ сыромолотой.

При содержаніи въ мукѣ 15—20% влаги, когда мука получается изъ недогрѣтой ржи, осажденіе всей муки происходитъ послѣ прибавленія

5 дѣлений. Когда спирта, для полного осажденія муки, приходится прибавить больше пяти дѣлений, то такая мука—подмочена. Такая мука отличается еще тѣмъ, что вся масса ея, съ крахмаломъ и клейковиной, осѣдаетъ сразу. Смѣсь подмоченной и сухой муки узнается потому, что одна часть ея осаждается отъ 3-хъ дѣлений спирта, а другая послѣ прибавленія 5 дѣлений.

Открытие спорыньи.

Только что описанный аппаратъ Раковича даетъ возможность открыть спорынью въ мукѣ. Такъ какъ спорынья имѣетъ малый удѣльный вѣсъ, очень сильно отличающійся отъ удѣльнаго вѣса всѣхъ другихъ веществъ, входящихъ въ составъ ржаной муки, то она не осаждается послѣ прибавленія даже 7—8 дѣлений спирта, плаваетъ на поверхности, образуя бурое или черное кольцо около стѣнокъ пробирки. Для болѣе точнаго удостовѣренія въ присутствіи спорыньи къ черному кольцу приливаютъ нѣсколько капель разбавленной (1:5) сѣрной кислоты: въ случаѣ присутствія спорыньи появляется розовое окрашиваніе.

По Гофману—Канделю для открытія спорыньи въ колбу съ 10 гр. муки приливаютъ 30 к. с. эфира, перегнаннаго надъ металлическимъ натріемъ, и 1,2 к. с. 5% сѣрной кислоты. Послѣ сильнаго взбалтыванія колбу оставляютъ въ покоѣ на 6 часовъ. Затѣмъ содержимое колбы фильтруютъ черезъ маленькій фильтръ, предварительно смоченный эфиромъ; фильтратъ собираютъ въ пробирку съ мѣткой—40 к. с. и нерастворимый остатокъ промываютъ эфиромъ до тѣхъ поръ, пока всей промывной жидкости не наберется 40 к. с. Потомъ къ фильтрату прибавляютъ 1,8 к. с. насыщеннаго раствора двууглекислаго натра, и смѣсь хорошо взбалтываютъ. Черезъ нѣсколько минутъ выдѣляется слой, въ зависяности отъ содержанія спорыньи, окрашенный въ слабый или темный фіолетовый цвѣтъ. При помощи этого способа можно доказать присутствіе спорыньи даже въ томъ случаѣ, если ея не больше 0,01%.

Мука, содержащая болѣе 0,5% спорыньи (при пробѣ Раковича число всплывшихъ частицъ спорыньи не меньше 20), не принимается въ склады военнаго вѣдомства. Однако вредныя качества муки сказываются уже при содержаніи въ ней спорыньи въ 0,1%. По Реформатскому, содержаніе въ мукѣ спорыньи можетъ доходить до 3—10% и даже до 27%.

Химическій составъ муки.

	Вода.	Азотистыя вещества.	Жиръ.	Сахарь.	Декстринъ и гумми.	Безазотист. вещества.	Клейчатка.	Зола.
Ячменная								
Крупчатая	14,84	11,38	1,53	3,11	6,52	61,59	0,45	0,59
Овсяная	9,34	11,29	6,67	3,90		66,40	0,91	1,49
Ржаная:								
Иностранная	13,71	11,52	2,08	3,89	7,16	58,61	1,59	1,44
Русская {	обыкновенн.	13,44	12,88	1,12	64,70		3,76	2,01
	обдирная	13,09	12,29	1,10	66,45		3,22	1,70
	поклеванная	13,90	10,68	1,76	1,00	69,42	2,10	1,10
Пшеничная:								
Лучшая	13,37	10,21	0,94	2,35	3,06	69,30	0,29	0,48
Грубая	12,81	12,06	1,36	1,86	4,09	65,88	0,98	0,96
Гречневая	12—15	8—10	0,9—3,5	70—77				0,8—2
Мансовая	10—12	1—8	4	70				0,86
Мука бобовыхъ	14—17	22—27	0,8—2	55—60				2—2,5

ПРИЛОЖЕНІЯ.



Упругость водяного пара въ мм. ртути.

Температура C°.	Упругость.	Температура C°.	Упругость.
10,0	9,165	16,5	13,972
10,5	9,474	17,0	14,421
11,0	9,792	17,5	14,882
11,5	10,120	18,0	15,357
12,0	10,457	18,5	15,845
12,5	10,804	19,0	16,346
13,0	11,162	19,5	16,861
13,5	11,530	20,0	17,391
14,0	11,908	20,5	17,935
14,5	12,298	21,0	18,495
15,0	12,699	21,5	19,069
15,5	13,112	22,0	19,659
16,0	13,536	22,5	20,265

Таблица Бринса, показывающая, сколько объемов воды нужно прибавить къ каждому 100 объемамъ крѣпнаго спирта. Температура смѣшиваемыхъ жидкостей должна быть равна +12¹/₁₀° R.

Смѣсь.	100 ⁰ / ₀	99 ⁰ / ₀	98 ⁰ / ₀	97 ⁰ / ₀	96 ⁰ / ₀	95 ⁰ / ₀	94 ⁰ / ₀	93 ⁰ / ₀	92 ⁰ / ₀	91 ⁰ / ₀
26	293,5	289,3	285,1	281,0	276,8	272,7	268,6	264,5	260,4	256,4
27	279,4	275,3	271,2	267,2	263,2	259,2	255,3	251,3	247,4	244,5
28	266,2	262,2	258,3	254,4	250,5	246,7	242,9	239,0	235,2	231,4
29	253,8	250,0	246,2	242,5	238,7	235,0	231,3	227,6	223,9	220,2
30	242,4	238,7	235,0	231,3	227,7	224,1	220,5	216,9	213,4	209,8
31	231,6	228,0	224,4	220,9	217,4	213,9	210,4	206,9	203,5	200,0
32	221,5	218,0	214,5	211,1	207,7	204,3	200,9	197,5	194,2	190,8
33	212,0	208,6	205,2	201,9	198,5	195,2	192,0	188,7	185,4	182,2
34	203,0	199,7	196,4	193,2	189,9	186,7	183,5	180,4	177,2	174,0
35	194,6	191,4	188,2	185,0	181,8	178,7	175,6	172,5	169,4	166,3
36	186,6	183,5	180,3	177,3	174,2	171,1	168,1	165,1	162,1	159,1
37	179,1	176,0	172,9	169,9	166,9	163,9	161,0	158,0	155,1	152,2
38	171,9	168,9	165,9	162,9	160,0	157,1	154,2	151,4	148,5	145,6
39	165,0	162,1	159,2	156,3	153,5	150,6	147,8	145,0	142,2	139,4
40	158,5	155,6	152,8	150,0	147,2	144,4	141,7	139,0	136,2	133,5
41	152,3	149,5	146,7	144,0	141,3	138,5	135,9	133,2	130,5	127,9
42	146,4	143,7	141,0	138,3	135,6	132,9	130,3	127,7	125,1	122,5
43	140,8	138,1	135,4	132,8	130,2	127,6	125,0	122,4	119,9	117,3
44	135,4	132,7	130,1	127,5	125,0	122,4	119,9	117,4	114,9	112,4
45	130,2	127,6	125,1	122,5	120,0	117,5	115,1	112,6	110,2	107,7
46	125,3	122,7	120,2	117,7	115,3	112,8	110,4	108,8	105,6	103,2
47	120,5	118,0	115,6	113,1	110,7	108,3	106,0	103,6	101,3	98,9
48	116,0	113,6	111,1	108,7	106,4	104,0	101,7	99,4	97,1	94,8
49	111,6	109,2	106,8	104,5	102,2	99,9	97,6	95,3	93,1	90,8
50	107,4	105,0	102,7	100,4	98,1	95,9	93,6	91,4	89,2	87,0
51	103,3	101,0	98,7	96,5	94,2	92,0	89,8	87,6	85,5	83,3
52	99,4	97,2	94,9	92,7	90,5	88,3	86,2	84,0	81,9	79,7
53	95,7	93,4	91,2	89,1	86,9	84,8	82,6	80,5	78,4	76,3
54	92,1	89,9	87,7	85,6	83,4	81,3	79,2	77,2	75,1	73,0
55	88,6	86,4	84,3	82,2	80,1	78,0	76,0	73,9	71,9	69,9
56	85,2	83,1	81,0	78,9	76,8	74,8	72,8	70,8	68,8	66,8
57	81,9	79,8	77,8	75,7	73,7	71,7	69,7	67,7	65,8	63,8
58	78,8	76,7	74,7	72,7	70,7	68,7	66,7	64,8	62,9	60,9
59	75,7	73,3	71,7	69,7	67,7	65,8	63,9	62,0	60,1	58,2
60	72,8	70,8	68,8	66,8	64,9	63,0	61,1	59,2	57,3	55,5
61	69,9	67,9	66,0	64,1	62,2	60,3	58,4	56,6	54,7	52,9
62	67,2	65,2	63,3	61,4	59,5	57,6	55,8	54,0	52,2	50,4
63	64,5	62,5	60,6	58,8	56,9	55,1	53,3	51,5	49,7	47,9
64	61,9	59,9	58,1	56,2	54,4	52,6	50,8	49,0	47,3	45,5
65	59,3	57,4	55,6	53,8	52,0	50,2	48,4	46,7	45,0	43,2
66	56,9	55,0	53,2	51,4	49,6	47,9	46,1	44,4	42,7	41,0
67	54,5	52,6	50,8	49,1	47,3	45,6	43,9	42,2	40,5	38,8
68	52,1	50,3	48,6	46,8	45,1	43,4	41,7	40,0	38,4	36,7
69	49,9	48,1	46,4	44,6	42,9	41,2	39,6	37,9	36,3	34,6
70	47,7	45,9	44,2	42,5	40,8	39,1	37,5	35,9	34,3	32,6
71	45,5	43,8	42,1	40,4	38,7	37,1	35,5	33,9	32,3	30,7
72	43,5	41,7	40,1	38,4	36,7	35,1	33,5	32,0	30,4	28,8
73	41,4	39,7	38,1	36,4	34,8	33,2	31,6	30,1	28,5	26,9
74	39,5	37,8	36,1	34,5	32,9	31,3	29,8	28,2	26,7	25,1
75	37,5	35,8	34,2	32,6	31,0	29,5	27,9	26,4	24,9	23,4

Субст.	90%	89%	88%	87%	86%	85%	84%	83%	82%	81%
26	252,3	248,2	244,2	238,1	236,1	232,1	228,1	224,0	220,0	216,0
27	239,6	235,6	231,7	227,8	223,9	220,0	216,1	212,3	208,4	204,5
28	227,7	223,9	220,1	216,3	212,6	208,8	205,1	201,3	197,6	193,8
29	216,6	212,9	209,6	205,6	202,0	198,4	194,7	191,1	187,5	183,9
30	206,3	202,7	199,2	195,6	192,1	188,6	185,1	181,6	178,1	174,6
31	196,6	193,1	189,7	186,3	182,9	179,4	176,0	172,6	169,2	165,8
32	187,5	184,1	180,8	177,5	174,2	170,9	167,6	164,3	161,0	157,7
33	178,9	175,7	172,4	169,2	166,0	162,8	159,6	156,4	153,2	150,0
34	170,9	167,7	164,6	161,4	158,3	155,2	152,0	148,9	145,8	142,7
35	163,3	160,2	157,1	154,1	151,0	148,0	144,9	141,9	138,9	135,9
36	156,1	153,1	150,1	147,1	144,2	141,2	138,2	135,3	132,4	129,4
37	149,3	146,3	143,4	140,5	137,7	134,8	131,9	129,0	126,1	123,3
38	142,8	139,9	137,1	134,3	131,5	128,7	125,8	123,0	120,3	117,5
39	136,6	133,9	131,1	128,3	125,6	122,9	120,1	117,4	114,7	111,9
40	130,8	128,1	125,4	122,7	120,0	117,3	114,6	112,0	109,3	106,7
41	125,2	122,6	119,9	117,3	114,7	112,1	109,4	106,8	104,2	101,6
42	119,9	117,3	114,7	112,2	109,6	107,0	104,5	101,9	99,4	96,9
43	114,8	112,3	109,8	107,2	104,7	102,2	99,7	97,2	94,8	92,3
44	109,9	107,5	105,0	102,5	100,1	97,6	95,2	92,8	90,3	87,9
45	105,3	102,9	100,5	98,0	95,7	93,3	90,9	88,5	86,1	83,7
46	100,9	98,5	96,1	93,7	91,4	89,1	86,7	84,4	82,0	79,7
47	96,6	94,3	91,9	89,6	87,3	85,0	82,7	80,4	78,2	75,9
48	92,5	90,2	87,9	85,7	83,4	81,2	78,9	76,7	74,4	72,2
49	88,6	86,3	84,1	81,9	79,7	77,4	75,2	73,0	70,8	68,6
50	84,8	82,6	80,4	78,2	76,0	73,9	71,7	69,5	67,4	65,2
51	81,1	79,0	76,8	74,7	72,6	70,4	68,3	66,2	64,1	62,0
52	77,6	75,5	73,4	71,3	69,2	67,1	65,0	62,9	60,9	58,8
53	74,2	72,2	70,1	68,0	66,0	63,9	61,9	59,8	57,8	55,8
54	71,0	68,9	66,9	64,9	62,9	60,9	58,8	56,8	54,8	52,8
55	67,8	65,8	63,8	61,8	59,9	57,9	55,9	53,9	52,0	50,0
56	64,8	62,8	60,9	58,9	56,9	55,0	53,1	51,1	49,2	47,3
57	61,9	59,9	58,0	56,1	54,1	52,2	50,3	48,4	46,5	44,6
58	59,0	57,1	55,2	53,3	51,4	49,5	47,7	45,8	43,9	42,1
59	56,3	54,4	52,5	50,7	48,8	47,0	45,1	43,3	41,4	39,6
60	53,6	51,8	49,9	48,1	46,3	44,4	42,6	40,8	39,0	37,2
61	51,0	49,2	47,4	45,6	43,8	42,0	40,2	38,4	36,7	34,9
62	48,6	46,8	45,0	43,2	41,4	39,7	37,9	36,1	34,4	32,6
63	46,1	44,4	42,6	40,8	39,1	37,4	35,6	33,9	32,2	30,5
64	43,8	42,0	40,3	38,6	36,9	35,2	33,4	31,7	30,0	28,4
65	41,5	39,8	38,1	36,4	34,7	33,0	31,3	29,6	28,0	26,3
66	39,3	37,6	35,9	34,2	32,6	30,9	29,2	27,6	26,0	24,3
67	37,1	35,5	33,8	32,2	30,5	28,9	27,2	25,6	24,0	22,4
68	35,0	33,4	31,8	30,1	28,5	26,9	25,3	23,7	22,1	20,5
69	33,0	31,4	29,8	28,2	26,6	25,0	23,4	21,8	20,2	18,7
70	31,0	29,4	27,8	26,2	24,7	23,1	21,5	20,0	18,4	16,9
71	29,1	27,5	26,0	24,4	22,8	21,3	19,7	18,2	16,7	15,1
72	27,2	25,7	24,1	22,6	21,1	19,5	18,0	16,5	15,0	13,5
73	25,4	23,9	22,3	20,8	19,3	17,8	16,3	14,8	13,3	11,8
74	23,6	22,1	20,6	19,1	17,6	16,1	14,6	13,1	11,7	10,2
75	21,9	20,4	18,9	17,4	15,9	14,5	13,0	11,5	10,1	8,6

Карбон.	80%	79%	78%	77%	76%	75%	74%	73%	72%	71%
26	212,0	208,0	204,0	200,0	196,0	192,0	188,0	184,0	180,1	176,1
27	200,7	196,8	192,9	189,1	185,2	181,4	177,5	173,7	169,8	166,0
28	190,1	186,4	182,6	178,9	175,2	171,5	167,8	164,0	160,3	156,6
29	180,3	176,7	173,1	169,4	165,8	162,3	158,7	155,1	151,5	147,9
30	171,1	167,6	164,1	160,6	157,1	153,6	150,2	146,7	143,2	139,7
31	162,5	159,1	155,7	152,3	148,9	145,6	142,2	138,8	135,5	132,1
32	154,4	151,1	147,8	144,5	141,3	138,0	134,7	131,5	128,2	124,9
33	146,8	143,6	140,4	137,2	134,0	130,9	127,7	124,5	121,3	118,2
34	139,6	136,5	133,4	130,3	127,2	124,1	121,1	118,0	114,9	111,8
35	132,8	129,9	126,8	123,8	120,8	117,8	114,8	111,8	108,8	105,8
36	126,5	123,6	120,6	117,7	114,8	111,8	108,9	106,0	103,1	100,2
37	120,4	117,6	114,7	111,9	109,0	106,2	103,3	100,5	97,6	94,8
38	114,7	111,9	109,1	106,3	103,5	100,8	98,0	95,2	92,4	89,7
39	109,2	106,5	103,8	101,1	98,3	95,6	92,9	90,2	87,5	84,8
40	104,0	101,4	98,7	96,0	93,4	90,8	88,1	85,5	82,8	80,2
41	99,0	96,5	93,9	91,3	88,7	86,1	83,5	81,0	78,4	75,8
42	94,3	91,8	89,3	86,7	84,2	81,7	79,2	76,6	74,1	71,6
43	89,8	87,3	84,8	82,4	79,9	77,4	75,0	72,5	70,1	67,6
44	85,5	83,1	80,6	78,2	75,8	73,4	71,0	68,6	66,2	63,8
45	81,3	79,0	76,6	74,2	71,9	69,5	67,2	64,8	62,5	60,1
46	77,4	75,1	72,8	70,4	68,1	65,8	63,5	61,2	58,9	56,6
47	73,6	71,3	69,1	66,8	64,5	62,3	60,0	57,7	55,5	53,2
48	70,0	67,8	65,5	63,3	61,1	58,9	56,6	54,4	52,2	50,0
49	66,5	64,3	62,1	59,9	57,7	55,5	53,4	51,2	49,1	46,9
50	63,1	61,0	58,8	56,7	54,5	52,4	50,3	48,2	46,0	43,9
51	59,8	57,8	55,7	53,6	51,5	49,4	47,3	45,2	43,1	41,0
52	56,7	54,7	52,6	50,6	48,5	46,4	44,4	42,3	40,3	38,3
53	53,7	51,7	49,7	47,7	45,6	43,6	41,6	39,6	37,6	35,6
54	50,8	48,9	46,9	44,9	42,9	40,9	38,9	37,0	35,0	33,0
55	48,0	46,1	44,1	42,2	40,2	38,3	36,4	34,4	32,5	30,6
56	45,3	43,4	41,5	39,6	37,7	35,8	33,9	32,0	30,1	28,2
57	42,7	40,9	39,0	37,1	35,2	33,3	31,4	29,6	27,7	25,8
58	40,2	38,4	36,5	34,6	32,8	31,0	29,1	27,3	25,4	23,6
59	37,8	36,0	34,1	32,3	30,5	28,7	26,8	25,0	23,2	21,4
60	35,4	33,6	31,8	30,0	28,2	26,4	24,7	22,9	21,1	19,3
61	33,1	31,4	29,6	27,8	26,1	24,3	22,5	20,8	19,1	17,4
62	30,9	29,2	27,4	25,7	24,0	22,0	20,5	18,8	17,1	15,3
63	28,7	27,1	25,3	23,6	21,9	20,2	18,5	16,8	15,1	13,4
64	26,7	25,0	23,3	21,6	19,9	18,3	16,3	14,9	13,2	11,6
65	24,6	23,0	21,3	19,7	18,0	16,4	14,7	13,1	11,4	9,8
66	22,7	21,0	19,4	17,8	16,1	14,5	12,9	11,3	9,6	8,0
67	20,8	19,2	17,5	15,9	14,3	12,7	11,1	9,5	7,9	6,3
68	18,9	17,3	15,7	14,1	12,5	11,0	9,4	7,8	6,3	4,7
69	17,1	15,5	14,0	12,4	10,8	9,3	7,7	6,2	4,6	3,1
70	15,3	13,8	12,2	10,7	9,2	7,6	6,1	4,6	3,0	1,5
71	13,6	12,1	10,6	9,0	7,5	6,0	4,5	3,0	1,5	
72	11,9	10,5	8,9	7,4	6,0	4,5	3,0	1,5	1,4	79
73	10,3	8,9	7,4	5,9	4,4	2,9	1,5	1,4	2,8	78
74	8,7	7,3	5,8	4,4	2,9	1,5	1,4	2,8	4,2	77
75	7,2	5,8	4,3	2,9	1,4	1,4	2,8	4,3	5,7	76
						77%	78%	79%	80%	Карбон.

Продолженіе.

Carben.	70 ^o / _o	69 ^o / _o	68 ^o / _o	67 ^o / _o	66 ^o / _o	65 ^o / _o	64 ^o / _o	63 ^o / _o	62 ^o / _o	61 ^o / _o
26	172,1	168,1	164,2	160,2	156,2	152,2	148,3	144,3	140,4	136,4
27	162,2	158,3	154,5	150,7	146,8	143,0	139,2	135,4	131,6	127,8
28	152,9	149,2	145,5	141,8	138,1	134,4	130,8	127,1	123,4	119,7
29	144,3	140,7	147,2	133,6	130,0	126,4	122,9	119,3	115,8	112,2
30	136,3	132,8	129,4	125,9	122,4	119,0	115,5	112,1	108,6	105,2
31	128,7	125,4	122,0	118,7	115,3	112,1	108,6	105,3	102,0	98,6
32	121,7	118,4	115,0	111,9	108,7	105,4	102,2	98,9	95,7	92,5
33	115,0	111,8	108,7	105,5	102,4	99,2	96,1	92,9	89,8	86,7
34	108,8	105,7	102,6	99,5	96,5	93,4	90,4	87,3	84,3	81,2
45	102,8	99,8	96,9	93,9	90,9	87,9	85,0	82,0	79,0	76,0
36	97,3	94,3	91,4	88,5	85,6	82,7	79,9	77,0	74,1	71,1
37	92,0	89,1	86,3	83,5	80,6	77,8	75,0	72,2	69,4	66,6
38	86,9	84,2	81,4	78,7	75,9	73,2	70,4	67,7	64,9	62,2
39	82,1	79,4	76,8	74,1	71,4	68,7	66,0	63,4	60,7	58,0
40	77,6	75,0	72,3	69,7	67,1	64,5	61,9	59,3	56,6	54,0
41	73,2	70,7	68,1	65,6	63,0	60,5	57,9	55,4	52,8	50,3
42	69,1	66,6	64,1	61,6	59,1	56,5	54,1	51,6	49,1	46,7
43	65,2	62,6	60,3	57,8	54,4	52,9	50,5	48,1	45,6	43,2
44	61,4	59,0	56,6	54,2	51,8	49,4	47,0	44,7	42,3	39,9
45	57,8	54,4	53,1	50,7	48,4	46,1	43,8	41,4	39,1	36,8
46	54,3	52,0	49,7	47,4	45,1	42,9	40,6	38,3	36,0	33,8
47	51,0	48,7	46,5	44,3	42,0	39,8	37,6	35,3	33,1	30,9
48	47,8	45,6	43,4	41,2	39,0	36,8	34,6	32,5	30,3	28,1
49	44,7	42,6	40,4	38,3	36,1	34,0	31,8	29,7	27,6	25,4
50	41,8	39,7	37,6	35,5	33,4	31,3	29,2	27,1	25,0	22,9
51	39,0	36,9	34,8	32,7	30,7	28,6	26,6	24,5	22,4	20,4
52	36,2	34,2	32,2	30,1	28,1	26,1	24,1	22,0	20,0	18,0
53	33,6	31,6	29,6	27,6	25,6	23,6	21,7	19,7	17,7	15,7
54	31,1	29,1	27,2	25,2	23,2	21,3	19,3	17,4	15,5	13,5
55	28,6	26,7	24,8	22,9	20,9	19,0	17,1	15,2	13,3	11,4
56	26,3	24,4	22,5	20,6	18,7	16,8	14,9	13,1	11,1	9,3
57	24,0	22,1	20,3	18,4	16,6	14,7	12,9	11,0	9,2	7,3
58	21,8	19,9	18,1	16,3	14,5	12,6	10,8	9,0	7,2	5,4
59	19,6	17,8	16,0	14,2	12,5	10,7	8,9	7,1	5,3	3,5
60	17,6	15,8	14,0	12,3	10,5	8,7	7,0	5,2	3,5	1,7
61	15,6	13,8	12,1	10,4	8,6	6,9	5,2	3,4	1,7	89
62	13,6	11,9	10,2	8,5	6,8	5,1	3,4	1,7	1,3	88
63	11,7	10,1	8,4	6,7	5,0	3,3	1,7	1,3	2,6	87
64	9,9	8,3	6,6	4,9	3,3	1,6	1,3	2,6	3,9	86
65	8,1	6,5	4,9	3,2	1,6	1,3	2,5	3,9	5,2	85
66	6,4	4,8	3,2	1,6	1,3	2,6	3,9	5,2	6,6	84
67	4,8	3,2	1,6	1,3	2,6	3,9	5,3	6,6	8,0	83
68	3,1	1,6	1,3	2,7	4,0	5,3	6,7	8,0	9,4	82
69	1,5	1,3	2,7	4,0	5,4	6,7	8,1	9,4	10,8	81
	1,3	2,7	4,0	5,4	6,8	8,1	9,5	10,9	12,3	80
	2,7	4,1	5,5	6,8	8,2	9,6	11,0	12,4	13,8	79
1,4										
2,7	4,1	5,5	6,9	8,3	9,7	11,1	12,5	13,9	15,3	78
4,2	5,6	7,0	8,4	9,8	11,2	12,6	14,0	15,5	16,9	77
5,6	7,0	8,4	9,9	11,3	12,7	14,2	15,6	17,1	18,5	76
7,1	8,5	10,0	11,4	12,9	14,3	15,8	17,2	18,7	20,2	
81 ^o / _o	82 ^o / _o	83 ^o / _o	84 ^o / _o	85 ^o / _o	86 ^o / _o	87 ^o / _o	88 ^o / _o	89 ^o / _o	90 ^o / _o	Carben.

Смбел.	60 ⁰ / ₀	59 ⁰ / ₀	58 ⁰ / ₀	57 ⁰ / ₀	56 ⁰ / ₀	55 ⁰ / ₀	54 ⁰ / ₀	53 ⁰ / ₀	52 ⁰ / ₀	51 ⁰ / ₀
26	132,5	128,5	124,6	120,6	116,7	112,7	108,8	104,9	100,9	97,0
27	123,9	120,1	116,3	112,5	108,7	104,9	101,1	97,3	93,6	89,8
28	116,0	112,3	108,7	105,0	101,3	97,7	94,0	90,3	86,7	83,0
29	118,6	105,1	101,5	98,0	94,4	90,9	87,4	83,8	80,3	76,8
30	101,8	98,3	94,9	91,4	88,0	84,6	81,2	77,7	74,3	70,9
31	95,3	92,0	88,6	85,3	82,0	78,7	75,3	72,0	68,7	65,4
32	89,2	86,0	82,8	79,6	76,3	73,1	69,9	66,7	63,5	60,3
33	83,5	80,4	77,3	74,1	71,0	67,9	64,8	61,6	58,5	55,4
34	78,2	75,1	72,1	69,0	66,0	63,0	59,9	56,9	53,9	50,8
35	73,1	70,1	67,2	64,2	61,3	58,3	55,4	52,4	49,5	46,5
36	68,3	65,4	62,5	59,7	56,8	53,9	51,1	48,2	45,3	42,5
37	63,8	61,0	58,2	55,4	52,6	49,8	47,0	44,2	41,4	38,6
38	59,5	56,7	54,0	51,3	48,5	45,8	43,1	40,4	37,7	34,9
39	55,4	52,7	50,0	47,4	44,7	42,0	39,4	36,8	34,1	31,5
40	51,5	48,8	46,2	43,7	41,1	38,5	35,6	33,3	30,7	28,1
41	47,7	45,2	42,7	40,1	37,6	35,1	32,5	30,0	27,5	25,0
42	44,2	41,7	39,2	36,8	34,3	31,8	29,3	26,9	24,4	22,0
43	40,8	38,4	36,0	33,5	31,1	28,7	26,3	23,9	21,5	19,1
44	37,6	35,2	32,8	30,4	28,1	25,7	23,4	21,0	18,7	16,3
45	34,5	32,1	29,8	27,5	25,2	22,9	20,6	18,3	16,0	13,7
46	31,5	29,2	27,0	24,7	22,4	20,2	17,9	15,7	13,4	11,2
47	28,7	26,4	24,2	22,0	19,8	17,6	15,4	13,2	11,0	8,8
48	25,9	23,7	21,6	19,4	17,2	15,1	12,9	10,8	8,6	6,4
49	23,3	21,2	19,0	16,9	14,8	12,7	10,5	8,4	6,3	4,2
50	20,8	18,7	16,6	14,5	12,4	10,4	8,3	6,2	4,1	2,1
51	18,3	16,3	14,2	12,2	10,2	8,1	6,1	4,1	2,0	
52	16,0	14,0	12,0	10,0	8,0	6,0	4,0	2,0	1,3	99
53	13,8	11,8	9,8	7,8	5,9	3,9	1,9	1,3	2,6	98
54	11,6	9,6	7,7	5,8	3,9	1,9	1,3	2,6	3,9	97
55	9,5	7,6	5,7	3,8	1,6	1,3	2,5	3,8	5,2	96
56	7,5	5,6	3,7	1,9	1,2	2,6	3,8	5,1	6,5	95
57	5,5	3,7	1,8	1,2	2,5	3,8	5,1	6,4	7,8	94
58	3,6	1,8	1,3	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,1	93
59	1,8	1,2	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,1	10,5	92
	1,3	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,0	10,4	11,8	91
1,3	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,0	10,4	11,8	13,2	90
2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,1	10,4	11,8	13,2	14,6	89
3,8	5,2	6,5	7,8	9,1	10,4	11,8	13,2	14,7	16,1	88
5,2	6,5	7,8	9,1	10,5	11,8	13,2	14,6	16,0	17,5	87
6,5	7,8	9,1	10,5	11,9	13,2	14,6	16,1	17,5	19,0	86
7,9	9,2	10,6	11,9	13,3	14,7	16,1	17,5	19,0	20,5	85
9,3	10,7	12,0	13,4	14,8	16,2	17,6	19,1	20,5	22,0	84
10,7	12,1	13,5	14,9	16,3	17,7	19,1	20,6	22,1	23,6	83
12,2	13,6	15,0	16,4	17,8	19,2	20,7	22,2	23,7	25,2	82
13,7	15,1	16,5	17,9	19,4	20,8	22,3	23,8	25,3	26,8	81
15,2	16,6	18,1	19,5	20,9	22,4	23,9	25,4	27,0	28,5	80
16,7	18,2	19,6	21,1	22,6	24,0	25,6	27,1	28,6	30,2	79
18,4	19,8	21,3	22,8	24,2	25,7	27,3	28,8	30,4	32,0	78
20,0	21,5	23,0	24,4	25,9	27,5	29,0	30,6	32,2	33,8	77
21,7	23,2	24,7	26,2	27,7	29,2	30,8	32,4	34,0	35,6	76
91 ⁰ / ₀	92 ⁰ / ₀	93 ⁰ / ₀	94 ⁰ / ₀	95 ⁰ / ₀	96 ⁰ / ₀	97 ⁰ / ₀	98 ⁰ / ₀	99 ⁰ / ₀	100 ⁰ / ₀	Счет.

**Таблица для опредѣленія вѣсовыхъ и объемныхъ процентовъ спирта
по удѣльному вѣсу при 15,5° С.**

Удѣльный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.	Удѣльный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.	Удѣльный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.
1,0000	0,00	0,00	0,9959	2,33	2,93	0,9919	4,69	5,86
0,9999	0,05	0,07	8	2,39	3,00	8	4,75	5,94
8	0,11	0,13	7	2,44	3,07	7	4,81	6,02
7	0,16	0,20	6	2,50	3,14	6	4,87	6,10
6	0,21	0,26	5	2,56	3,21	5	4,94	6,17
5	0,26	0,33	4	2,61	3,28	4	5,00	6,24
4	0,32	0,40	3	2,67	3,35	3	5,06	6,32
3	0,37	0,46	2	2,72	3,42	2	5,12	6,40
2	0,42	0,53	1	2,78	3,49	1	5,19	6,48
1	0,47	0,60	0	2,83	3,55	0	5,25	6,55
0	0,53	0,66	0,9949	2,89	3,62	9,9909	5,31	6,63
0,9989	0,58	0,73	8	2,94	3,69	8	5,37	6,71
8	0,63	0,79	7	3,00	3,76	7	5,44	6,78
7	0,68	0,86	6	3,06	3,83	6	5,50	6,86
6	0,74	0,93	5	3,12	3,90	5	5,56	6,94
5	0,79	0,99	4	3,18	3,98	4	5,62	7,01
4	0,84	1,06	3	3,24	4,05	3	5,69	7,09
3	0,89	1,13	2	3,29	4,12	2	5,75	7,17
2	0,95	1,19	1	3,35	4,20	1	5,81	7,25
1	1,00	1,26	0	3,41	4,27	0	5,87	7,32
0	1,06	1,34	0,9939	3,47	4,34	0,9899	5,94	7,40
0,9979	1,12	1,42	8	3,53	4,42	8	6,00	7,48
8	1,19	1,49	7	3,59	4,49	7	6,07	7,57
7	1,25	1,57	6	3,65	4,56	6	6,14	7,66
6	1,31	1,65	5	3,71	4,63	5	6,21	7,74
5	1,37	1,73	4	3,76	4,71	4	6,28	7,83
4	1,44	1,81	3	3,82	4,78	3	6,36	7,92
3	1,50	1,88	2	3,88	4,85	2	6,43	8,01
2	1,56	1,96	1	3,94	4,93	1	6,50	8,10
1	1,62	2,04	0	4,00	5,00	0	6,57	8,18
0	1,69	2,12	0,9929	4,06	5,08	0,9889	6,64	8,27
0,9969	1,75	2,20	8	4,12	5,16	8	6,71	8,36
8	1,81	2,27	7	4,19	5,24	7	6,78	8,45
7	1,87	2,35	6	4,25	5,32	6	6,86	8,54
6	1,94	2,43	5	4,31	5,39	5	6,93	8,63
5	2,00	2,51	4	4,37	5,47	4	7,00	8,72
4	2,06	2,58	3	4,44	5,55	3	7,07	8,80
3	2,11	2,62	2	4,50	5,63	2	7,13	8,88
2	2,17	2,72	1	4,56	5,71	1	7,20	8,96
1	2,22	2,79	0	4,62	5,78	0	7,27	9,04
0	2,28	2,86						

Удельный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.	Удельный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.	Удельный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.
0,9879	7,33	9,13	0,9839	10,15	12,58	0,9799	13,23	16,33
8	7,40	9,21	8	10,23	12,68	8	13,31	16,43
7	7,47	9,29	7	10,31	12,77	7	13,38	16,52
6	7,53	9,37	6	10,38	12,87	6	13,46	16,61
5	7,60	9,45	5	10,46	12,96	5	13,54	16,70
4	7,67	9,54	4	10,54	13,05	4	13,62	16,80
3	7,73	9,62	3	10,62	13,15	3	13,69	16,89
2	7,80	9,70	2	10,69	13,24	2	13,77	16,98
1	7,87	9,78	1	10,77	13,34	1	13,85	17,08
0	7,93	9,86	0	10,85	13,43	0	13,92	17,17
0,9869	8,00	9,95	0,9829	10,92	13,52	0,9789	14,00	17,26
8	8,07	10,03	8	11,00	13,62	8	14,09	17,37
7	8,14	10,12	7	11,08	13,71	7	14,18	17,48
6	8,21	10,21	6	11,15	13,81	6	14,27	17,59
5	8,29	10,30	5	11,23	13,90	5	14,36	17,70
4	8,36	10,38	4	11,31	13,99	4	14,45	17,81
3	8,43	10,47	3	11,38	14,09	3	14,55	17,92
2	8,50	10,56	2	11,46	14,18	2	14,64	18,03
1	8,57	10,65	1	11,54	14,27	1	14,73	18,14
0	8,64	10,73	0	11,62	14,37	0	14,82	18,25
0,9859	8,71	10,82	0,9819	11,69	14,46	0,9779	14,91	18,36
8	8,79	10,91	8	11,77	14,96	8	15,00	18,48
7	8,86	11,00	7	11,85	14,65	7	15,08	18,58
6	8,93	11,08	6	11,92	14,74	6	15,17	18,68
5	9,00	11,17	5	12,00	14,84	5	15,25	18,78
4	9,07	11,26	4	12,08	14,93	4	15,33	18,88
3	9,14	11,35	3	12,15	15,02	3	15,42	18,98
2	9,21	11,44	2	12,23	15,12	2	15,50	19,08
1	9,29	11,52	1	12,31	15,21	1	15,58	19,18
0	9,36	11,61	0	12,38	15,30	0	15,67	19,28
0,9849	9,43	11,70	0,9809	12,46	15,40	0,9769	15,75	19,39
8	9,50	11,79	8	12,54	15,49	8	15,83	19,49
7	9,57	11,87	7	12,62	15,58	7	15,92	19,59
6	9,64	11,96	6	12,69	15,68	6	16,00	19,68
5	9,71	12,05	5	12,77	15,77	5	16,08	19,78
4	9,79	12,13	4	12,85	15,86	4	16,15	19,87
3	9,86	12,22	3	12,92	15,96	3	16,23	19,96
2	9,93	12,31	2	13,00	16,05	2	16,31	20,06
1	10,00	12,40	1	13,08	16,15	1	16,38	20,15
0	10,08	12,49	0	13,15	16,24	0	16,46	20,24

Удельный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.	Удельный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.	Удельный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.
0,9759	16,54	20,33	0,9719	19,75	24,18	0,9679	22,92	27,95
8	16,62	21,43	8	19,83	24,28	8	23,00	28,04
7	16,69	20,52	7	19,92	24,38	7	23,08	28,13
6	16,77	20,61	6	20,00	24,48	6	23,15	28,22
5	16,85	20,71	5	20,08	24,58	5	23,23	28,31
4	16,92	20,80	4	20,17	24,68	4	23,31	28,41
3	17,00	20,89	3	20,25	24,78	3	23,38	28,50
2	17,08	20,99	2	20,33	24,88	2	23,46	28,59
1	17,17	21,09	1	20,42	24,98	1	23,54	28,68
0	17,25	21,19	0	20,50	25,07	0	23,62	28,77
0,9749	17,33	21,29	0,9709	20,58	25,17	0,9669	23,69	28,86
8	17,42	21,29	8	20,67	25,27	8	23,77	28,95
7	17,50	21,39	7	20,75	25,37	7	23,85	29,04
6	17,58	21,49	6	20,83	25,47	6	23,92	29,13
5	17,67	21,59	5	20,92	25,57	5	24,00	29,22
4	17,75	21,69	4	21,00	25,67	4	24,08	29,33
3	17,85	21,79	3	21,08	25,76	3	24,15	29,40
2	17,92	21,89	2	21,15	25,86	2	24,23	29,49
1	18,00	21,99	1	21,23	25,95	1	24,31	29,58
0	18,08	22,09	0	21,31	26,04	0	24,38	29,67
0,9739	18,15	22,18	0,9699	21,38	26,13	0,9659	24,46	29,76
8	18,23	22,27	8	21,46	26,22	8	24,54	29,86
7	18,31	22,36	7	21,54	26,31	7	24,62	29,95
6	18,38	22,46	6	21,62	26,40	6	24,69	30,04
5	18,46	22,55	5	21,69	26,49	5	24,77	30,13
4	18,54	22,64	4	21,77	26,58	4	24,85	30,22
3	18,62	22,73	3	21,85	26,67	3	24,92	30,31
2	18,69	22,82	2	21,92	26,77	2	25,00	30,40
1	17,77	22,92	1	22,00	26,86	1	25,07	30,48
0	18,85	23,10	0	22,08	26,95	0	25,14	30,57
0,9729	18,92	23,19	0,9689	22,15	27,04	0,9649	25,21	30,65
8	19,00	23,28	8	22,23	27,13	8	25,29	30,73
7	19,08	23,38	7	22,31	27,22	7	25,36	30,82
6	19,17	23,48	6	22,38	27,31	6	25,43	30,90
5	19,25	23,58	5	22,46	27,40	5	25,50	30,98
4	19,33	23,68	4	22,54	27,49	4	25,57	31,07
3	19,42	23,78	3	22,62	27,59	3	25,64	31,15
2	19,50	23,88	2	22,69	27,68	2	25,71	31,23
1	19,58	23,98	1	22,77	27,77	1	25,79	31,32
0	19,67	24,08	0	22,85	27,86	0	25,86	31,40

Удельный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.	Удельный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.	Удельный вѣсъ.	Вѣсовые проценты.	Объемные проценты.
0,9639	25,93	31,48	0,9599	28,62	34,61	0,9559	31,06	37,41
8	26,00	31,57	8	28,69	34,69	8	31,12	37,48
7	26,07	31,65	7	28,75	34,76	7	31,19	37,55
6	26,13	31,72	6	28,81	34,83	6	31,25	37,62
5	26,20	31,80	5	28,87	34,90	5	31,31	37,69
4	26,27	31,88	4	28,94	34,97	4	31,37	37,76
3	26,33	31,96	3	29,00	35,05	3	31,44	37,83
2	26,40	32,03	2	29,07	35,12	2	31,50	37,90
1	26,47	32,11	1	29,13	35,20	1	31,56	37,97
0	26,53	32,19	0	29,20	35,28	0	31,62	38,04
0,9629	26,60	32,27	0,9589	29,27	35,35	0,9549	31,69	38,11
8	26,67	32,34	8	29,33	35,43	8	31,75	38,18
7	26,73	32,42	7	29,40	35,51	7	31,81	38,25
6	26,80	32,50	6	29,47	35,58	6	51,87	38,33
5	26,87	32,58	5	29,53	35,66	5	31,94	38,40
4	26,93	32,65	4	29,60	35,74	4	32,00	38,47
3	27,00	32,73	3	29,67	35,81	3	32,06	38,53
2	27,07	32,81	2	29,73	35,89	2	32,12	37,60
1	27,14	32,90	1	29,80	35,97	1	32,19	38,68
0	27,21	32,98	0	29,87	36,04	0	32,25	38,75
0,9619	27,29	33,06	0,9579	29,93	36,12	0,9539	32,31	38,82
8	27,36	33,15	8	30,00	36,20	8	32,37	38,89
7	27,43	33,23	7	30,06	36,26	7	32,44	38,96
6	27,50	33,31	6	30,11	36,32	6	32,50	39,04
5	27,57	33,39	5	30,17	36,39	5	32,56	39,11
4	27,64	33,48	4	30,22	36,45	4	32,62	39,18
3	27,71	33,56	3	30,28	36,51	3	32,69	39,25
2	27,79	33,64	2	30,33	36,57	2	32,75	39,32
1	29,86	33,73	1	30,39	36,64	1	32,81	39,40
0	27,93	33,81	0	30,44	36,70	0	32,87	39,47
0,9609	28,00	33,89	0,9569	30,50	36,76	0,9529	32,94	39,54
8	28,06	33,97	8	30,56	36,83	8	33,00	39,61
7	28,12	34,04	7	30,61	36,89	7	33,06	39,68
6	28,19	34,11	6	30,67	36,95	6	33,12	39,74
5	28,25	34,18	5	30,72	37,02	5	33,18	39,81
4	28,31	34,25	4	30,78	37,08	4	33,24	39,87
3	28,37	34,33	3	30,83	37,14	3	33,29	39,94
2	28,44	34,40	2	30,89	37,20	2	33,35	40,01
1	28,50	34,47	1	30,94	37,27	1	33,41	40,07
0	28,56	34,54	0	31,00	37,34	0	33,47	40,14

Удельный вбсь.	Въсовые проценты.	Объемные проценты.	Удельный вбсь.	Въсовые проценты.	Объемные проценты.	Удельный вбсь.	Въсовые проценты.	Объемные проценты.
0,9519	33,53	40,20	0,9479	35,55	42,45	0,9439	37,72	44,86
8	33,59	40,27	8	35,60	42,51	8	37,78	44,92
7	33,65	40,34	7	35,65	42,56	7	37,83	44,98
6	33,71	40,40	6	35,70	42,62	6	37,89	45,04
5	33,76	40,47	5	35,75	42,67	5	37,94	45,10
4	33,82	40,53	4	35,80	42,73	4	38,00	45,16
3	33,88	40,60	3	35,85	42,78	3	38,06	45,22
2	33,94	40,67	2	35,90	42,84	2	38,11	45,28
1	34,00	40,74	1	35,95	42,89	1	38,17	45,34
0	34,05	40,79	0	36,00	42,95	0	38,22	45,41
0,9509	34,10	40,84	0,9469	36,06	43,01	0,9429	38,28	45,47
8	34,14	40,90	8	36,11	43,07	8	38,33	45,53
7	34,19	40,95	7	36,17	43,13	7	38,39	45,59
6	34,24	41,00	6	36,22	43,19	6	38,44	45,65
5	34,29	41,05	5	36,28	43,26	5	39,50	45,71
4	34,33	41,11	4	36,33	43,32	4	38,56	45,77
3	34,38	41,16	3	36,39	43,38	3	38,61	45,83
2	34,43	41,21	2	36,44	43,44	2	38,67	45,89
1	34,48	41,26	1	36,50	43,50	1	38,72	45,95
0	34,52	41,32	0	36,56	43,56	0	38,78	46,02
(0,9499)	34,57	41,37	0,9459	36,61	43,63	0,9419	38,83	46,08
8	34,62	41,42	8	36,67	43,69	8	38,89	46,14
7	34,67	41,48	7	36,72	43,75	7	38,94	46,20
6	34,71	41,53	6	36,78	43,81	6	39,00	46,26
5	34,76	41,58	5	36,83	43,87	5	39,05	46,32
4	34,81	41,63	4	36,89	43,93	4	39,10	46,37
3	34,86	41,69	3	36,94	44,00	3	39,15	46,42
2	34,90	41,74	2	37,00	44,06	2	39,20	46,48
1	34,95	41,79	1	37,06	44,12	1	39,25	46,53
0	35,00	41,84	0	37,11	44,18	0	39,30	46,59
0,9489	35,05	41,90	0,9449	37,17	44,24	0,9409	39,35	46,64
8	35,10	41,95	8	37,22	44,30	8	39,40	46,70
7	35,15	42,01	7	37,28	44,36	7	39,45	46,75
6	35,20	42,06	6	37,33	44,43	6	39,50	46,80
5	35,25	42,12	5	37,39	44,49	5	39,55	46,86
4	35,30	42,17	4	37,44	44,55	4	39,60	46,91
3	35,35	42,23	3	37,50	44,61	3	39,65	46,97
2	35,40	42,29	2	37,56	44,67	2	39,70	47,02
1	35,45	42,34	1	37,61	44,73	1	39,75	47,08
0	35,50	42,40	0	37,67	44,79	0	39,80	47,13

Удельный весь.	Въсовые проценты.	Объемные проценты.	Удельный весь.	Въсовые проценты.	Объемные проценты.	Удельный весь.	Въсовые проценты.	Объемные проценты.
0,9399	39,85	47,18	0,9359	41,85	49,34	0,9319	43,76	51,38
8	39,90	47,24	8	41,90	49,40	8	43,81	51,43
7	39,95	47,29	7	41,95	49,45	7	43,86	51,48
6	40,00	47,39	6	42,00	49,50	6	43,90	51,53
5	40,05	47,45	5	42,05	49,55	5	43,95	51,58
4	40,10	47,49	4	42,10	49,61	4	44,00	51,63
3	45,15	47,51	3	42,14	49,66	3	44,05	51,68
2	40,20	47,56	2	42,19	49,71	2	44,09	51,72
1	40,25	47,62	1	42,24	49,76	1	44,14	51,77
0	40,30	47,67	0	42,29	49,81	0	44,18	51,82
0,9389	40,35	47,72	0,9349	42,33	49,86	0,9309	44,23	51,87
8	40,40	47,78	8	42,38	49,91	8	44,27	51,91
7	40,45	47,83	7	42,43	49,96	7	44,32	51,96
6	40,50	47,89	6	42,48	50,01	6	44,36	52,01
5	40,55	47,94	5	42,52	50,06	5	44,41	52,06
4	40,60	47,99	4	42,57	50,11	4	44,46	52,10
3	40,65	48,05	3	42,62	50,16	3	44,50	52,15
2	40,70	48,10	2	42,67	50,21	2	44,55	52,20
1	40,75	48,16	1	42,71	50,26	1	44,59	52,25
0	40,80	48,21	0	42,76	50,31	0	44,64	52,29
0,9379	40,85	48,26	0,9339	42,81	50,37	0,9299	44,68	52,34
8	40,90	48,32	8	42,86	50,42	8	44,73	52,39
7	40,95	48,37	7	42,90	50,47	7	44,77	52,44
6	41,00	48,43	6	42,95	50,52	6	44,82	52,48
5	41,05	48,48	5	43,00	50,57	5	44,86	52,53
4	41,10	48,54	4	43,05	50,62	4	44,91	52,58
3	41,15	48,59	3	43,10	50,67	3	44,96	52,63
2	41,20	48,64	2	43,14	50,72	2	45,00	52,68
1	41,25	48,70	1	43,19	50,77	1	45,05	52,72
0	41,30	48,75	0	43,24	50,82	0	45,09	52,77
0,9369	41,35	48,80	0,9329	43,29	50,87	0,9280	45,55	53,24
8	41,40	48,86	8	43,33	50,92	70	46,00	53,72
7	41,45	48,91	7	43,39	50,97	60	46,46	54,19
6	41,50	48,97	6	43,43	51,02	50	46,91	54,66
5	41,55	49,02	5	43,48	51,07	40	47,36	55,13
4	41,60	49,07	4	43,52	51,12	30	47,82	55,60
3	41,65	49,13	3	43,57	51,17	20	48,27	56,07
2	41,70	49,18	2	43,62	51,22	10	48,73	56,54
1	41,75	49,23	1	43,67	51,27	00	49,16	56,98
0	41,80	49,29	0	43,71	51,32			

Удельный весь.	Всёвые проценты.	Объёмные проценты.	Удельный весь.	Всёвые проценты.	Объёмные проценты.	Удельный весь.	Всёвые проценты.	Объёмные проценты.
0,9190	49,64	57,45	60	68,38	75,45	30	86,04	90,29
80	50,09	57,92	50	68,79	75,83	20	86,42	90,58
70	50,52	58,36	40	69,21	76,20	10	86,81	90,88
60	50,96	58,80	30	69,63	76,57	00	87,19	91,17
50	51,38	59,22	20	70,04	76,94	0,8290	87,58	91,46
40	51,79	59,63	10	70,44	77,29	80	87,96	91,75
30	52,23	60,07	00	70,84	77,64	70	88,36	92,05
20	52,58	60,52	0,8690	71,25	78,00	60	88,76	92,36
10	53,13	60,97	80	71,67	78,36	50	89,16	92,66
00	53,57	61,40	70	72,09	78,73	40	89,54	92,94
0,9090	54,00	61,84	60	72,52	79,12	30	89,92	93,23
80	54,48	62,31	50	72,96	79,50	20	90,29	93,49
70	54,95	62,79	40	73,38	79,86	10	90,64	93,75
60	55,41	63,24	30	73,79	80,22	00	91,00	94,00
50	55,86	63,69	20	74,23	80,60	0,8190	91,36	94,26
40	56,32	64,14	10	74,68	81,00	80	91,71	94,51
30	56,77	64,58	00	75,14	81,40	70	92,07	94,76
20	57,21	65,01	0,8590	75,59	81,80	60	92,44	95,03
10	57,63	65,41	80	76,04	82,19	50	92,81	95,29
00	58,05	65,81	70	76,46	82,54	40	93,18	95,55
0,8990	58,50	66,25	60	76,88	82,90	30	93,55	95,82
80	58,95	66,69	50	77,29	83,25	20	93,92	96,08
70	59,39	67,11	40	77,71	83,60	10	94,28	96,32
60	59,83	67,53	30	78,12	83,94	00	94,62	96,55
50	60,26	67,93	20	78,52	84,27	0,8090	94,97	96,78
40	60,67	68,33	10	78,92	84,60	80	95,32	97,02
30	61,08	68,72	00	79,32	84,93	70	95,68	97,27
20	61,50	69,11	0,8490	79,72	85,26	60	96,03	97,51
10	61,92	69,50	80	80,13	85,59	50	96,37	97,73
00	62,36	69,92	70	80,54	85,94	40	96,70	97,94
0,8890	62,82	70,35	60	80,96	86,28	30	97,03	98,16
80	63,26	70,77	50	81,36	86,61	20	97,37	98,37
70	63,70	71,17	40	81,76	86,93	10	97,70	98,59
60	64,13	71,58	30	82,15	87,24	00	98,03	98,80
50	64,57	71,98	20	82,54	87,55	0,7990	98,34	98,98
40	65,00	72,38	10	82,92	87,85	80	98,66	99,16
30	65,42	72,77	00	83,31	88,16	70	98,97	99,35
20	65,83	73,15	0,8390	83,69	88,46	60	99,29	99,55
10	66,25	73,54	80	84,08	88,76	50	97,61	99,75
00	66,70	73,93	70	84,48	89,08	40	97,94	99,66
0,8790	67,13	74,33	60	84,88	89,39	0,7939	99,97	99,86
80	67,54	74,70	50	85,27	89,70	0,7938	100,00	100,00
70	67,96	75,08	40	85,65	89,99			

Таблица для приготовления сѣрной кислоты любой концентрации смѣ-
шеніемъ кислоты уд. в. 1,85 съ водою.

100 ч. воды 15°—20° смѣ- шиваются съ частями H_2SO_4	Образуется кислота удѣль- наго вѣса.	100 ч. воды 15°—20° смѣ- шиваются съ частями H_2SO_4	Образуется кислота удѣль- наго вѣса.	100 ч. воды 15°—20° смѣ- шиваются съ частями H_2SO_4	Образуется кислота удѣль- наго вѣса.
1	1,009	130	1,456	370	1,723
2	1,015	140	1,473	380	1,727
5	1,035	150	1,490	390	1,730
10	1,060	160	1,510	400	1,733
15	1,090	170	1,530	410	1,737
20	1,113	180	1,543	420	1,740
25	1,140	190	1,556	430	1,743
30	1,165	200	1,568	440	1,746
35	1,187	210	1,580	450	1,750
40	1,210	220	1,593	460	1,754
45	1,229	230	1,606	470	1,757
50	1,248	240	1,620	480	1,760
55	1,265	250	1,630	490	1,763
60	1,280	260	1,640	500	1,766
65	1,297	270	1,648	510	1,768
70	1,312	280	1,654	520	1,770
75	1,326	290	1,667	530	1,772
80	1,340	300	1,678	540	1,774
85	1,357	310	1,689	550	1,776
90	1,372	320	1,700	560	1,777
95	1,386	330	1,705	570	1,778
100	1,398	340	1,710	580	1,779
110	1,420	350	1,714	590	1,780
120	1,438	360	1,719	600	1,782

Сѣрная кислота.

Удѣл. вѣсъ при $\frac{15^{\circ}}{4^{\circ}}$ (без- воздуш. пр.).	Градусы Боле.	100 вѣсов. ч. химич. чист. кислоты содерж.		1 литръ химич. ч. кислоты содерж. кнлогр.	
		$\% \text{SO}_3$	$\% \text{H}_2\text{SO}_4$	SO_3	H_2SO_4
1.000	0	0.07	0.09	0.001	0.001
1.005	0.7	0.68	0.83	0.007	0.008
1.010	1.4	1.28	1.57	0.013	0.016
1.015	2.1	1.88	2.30	0.019	0.023
1.020	2.7	2.47	3.03	0.025	0.031
1.025	3.4	3.07	3.76	0.032	0.039
1.030	4.1	3.67	4.49	0.038	0.046
1.035	4.7	4.27	5.23	0.044	0.054
1.040	5.4	4.87	5.96	0.051	0.062
1.045	6.0	5.45	6.67	0.057	0.071
1.050	6.7	6.02	7.37	0.063	0.077
1.055	7.4	6.59	8.07	0.070	0.085
1.060	8.0	7.16	8.77	0.076	0.093
1.065	8.7	7.73	9.47	0.082	0.102
1.070	9.4	8.32	10.19	0.089	0.109
1.075	10.0	8.90	10.90	0.096	0.117
1.080	10.6	9.47	11.60	0.103	0.125
1.085	11.2	10.04	12.30	0.109	0.133
1.090	11.9	10.60	12.99	0.116	0.142
1.095	12.4	11.16	13.67	0.122	0.150
1.100	13.0	11.71	14.35	0.129	0.158
1.105	13.6	12.27	15.03	0.136	0.166
1.110	14.2	12.82	15.71	0.143	0.175
1.115	14.9	13.36	16.36	0.149	0.183
1.120	15.4	13.89	17.01	0.156	0.191
1.125	16.0	14.42	17.66	0.162	0.199
1.130	16.5	14.95	18.31	0.169	0.207
1.135	17.1	15.48	18.96	0.176	0.215
1.140	17.7	16.01	19.61	0.183	0.223
1.145	18.3	16.54	20.26	0.189	0.231
1.150	18.8	17.07	20.91	0.196	0.239
1.155	19.3	17.59	21.55	0.203	0.248
1.160	19.8	18.11	22.19	0.210	0.257
1.165	20.3	18.64	22.83	0.217	0.266
1.170	20.9	19.16	23.47	0.224	0.275
1.175	21.4	19.69	24.12	0.231	0.283
1.180	22.0	20.21	24.76	0.238	0.292
1.185	22.5	20.73	25.40	0.246	0.301
1.190	23.0	21.26	26.04	0.253	0.310
1.195	23.5	21.78	26.68	0.260	0.319
1.200	24.0	22.30	27.32	0.268	0.328
1.205	24.5	22.82	27.95	0.275	0.337
1.210	25.0	23.33	28.58	0.282	0.346
1.215	25.5	23.84	29.21	0.290	0.355
1.220	26.0	24.36	29.84	0.297	0.364
1.225	26.4	24.88	30.48	0.305	0.373

Удельн. вѣсъ при $\frac{15^{\circ}}{10}$ (без- воздуш. пр.)	Градусы Боуме.	100 вѣсов. ч химич. чист. кислоты содерж.		1 литръ химич. ч. кислоты содерж. килогр.	
		%SO ₃	%H ₂ SO ₄	SO ₃	H ₂ SO ₄
1.230	26.9	25.39	31.11	0.312	0.382
1.235	27.4	25.88	31.70	0.320	0.391
1.240	27.9	26.35	32.28	0.327	0.400
1.245	28.4	26.83	32.86	0.334	0.409
1.250	28.8	27.29	33.43	0.341	0.418
1.255	29.3	27.76	34.00	0.348	0.426
1.260	29.7	28.22	34.57	0.356	0.435
1.265	30.2	28.69	35.14	0.363	0.444
1.270	30.6	29.15	35.71	0.370	0.454
1.275	31.1	29.62	36.29	0.377	0.462
1.280	31.5	30.10	36.87	0.385	0.472
1.285	32.0	30.57	37.45	0.393	0.481
1.290	32.4	31.04	38.03	0.400	0.490
1.295	32.8	31.52	38.61	0.408	0.500
1.300	33.3	31.99	39.19	0.416	0.510
1.305	33.7	32.46	39.77	0.424	0.519
1.310	34.2	32.94	40.35	0.432	0.529
1.315	34.6	33.41	40.93	0.439	0.538
1.320	35.0	33.88	41.50	0.447	0.548
1.325	35.4	34.35	42.08	0.455	0.557
1.330	35.8	34.80	42.66	0.462	0.567
1.335	36.2	35.27	43.20	0.471	0.577
1.340	36.6	35.71	43.74	0.479	0.586
1.345	37.0	36.14	44.28	0.486	0.596
1.350	37.4	36.58	44.82	0.494	0.605
1.355	37.8	37.02	45.35	0.502	0.614
1.360	38.2	37.45	45.88	0.509	0.624
1.365	38.6	37.89	46.41	0.517	0.633
1.370	39.0	38.32	46.94	0.525	0.643
1.375	39.4	38.75	47.47	0.533	0.653
1.380	39.8	39.18	48.00	0.541	0.662
1.385	40.1	39.62	48.53	0.549	0.672
1.390	40.5	40.05	49.06	0.557	0.682
1.395	40.8	40.48	49.59	0.564	0.692
1.400	41.2	40.91	50.11	0.573	0.702
1.405	41.6	41.33	50.63	0.581	0.711
1.410	42.0	41.76	51.15	0.589	0.721
1.415	42.3	42.17	51.66	0.597	0.730
1.420	42.7	42.57	52.15	0.604	0.740
1.425	43.1	42.96	52.63	0.612	0.750
1.430	43.4	43.36	53.11	0.620	0.759
1.435	43.8	43.75	53.59	0.628	0.769
1.440	44.1	44.14	54.07	0.636	0.779
1.445	44.4	44.53	54.55	0.643	0.789
1.450	44.8	44.92	55.03	0.651	0.798
1.455	45.1	45.31	55.50	0.659	0.808
1.460	45.4	45.69	55.97	0.667	0.817
1.465	45.8	46.07	56.43	0.675	0.827
1.470	46.1	46.45	56.90	0.683	0.837

Удѣл. вѣсъ при $\frac{15^{\circ}}{4^{\circ}}$ (без- воздуш. пр.)	Градусы Боле.	100 вѣсов. ч. химич. чист. кислоты содерж.		1 литръ химич. ч. кислоты содерж. килограм.	
		$\% \text{SO}_2$	$\% \text{H}_2\text{SO}_4$	SO_2	H_2SO_4
1.475	46.4	46.83	57.37	0.691	0.846
1.480	46.8	47.21	57.83	0.699	0.856
1.485	47.1	47.57	58.28	0.707	0.865
1.490	47.4	47.95	58.74	0.715	0.876
1.495	47.8	48.34	59.22	0.723	0.885
1.500	48.1	48.73	59.70	0.731	0.896
1.505	48.4	49.12	60.18	0.739	0.906
1.510	48.7	49.51	60.65	0.748	0.916
1.515	49.0	49.89	61.12	0.756	0.926
1.520	49.4	50.28	61.59	0.764	0.936
1.525	49.7	50.66	62.06	0.773	0.946
1.530	50.0	51.04	62.53	0.781	0.957
1.535	50.3	51.43	63.00	0.789	0.967
1.540	50.6	51.78	63.43	0.797	0.977
1.545	50.9	52.12	63.85	0.805	0.987
1.550	51.2	52.46	64.26	0.813	0.996
1.555	51.5	52.79	64.67	0.821	1.006
1.560	51.8	53.12	65.08	0.829	1.015
1.565	52.1	53.46	65.49	0.837	1.025
1.570	52.4	53.80	65.90	0.845	1.035
1.575	52.7	54.13	66.30	0.853	1.044
1.580	53.0	54.46	66.71	0.861	1.054
1.585	53.3	54.80	67.13	0.869	1.064
1.590	53.6	55.18	67.59	0.877	1.075
1.595	53.9	55.55	68.05	0.886	1.085
1.600	54.1	55.93	68.51	0.895	1.096
1.605	54.4	56.30	68.97	0.904	1.107
1.610	54.7	56.68	69.43	0.913	1.118
1.615	55.0	57.05	69.89	0.921	1.128
1.620	55.2	57.40	70.32	0.930	1.139
1.625	55.5	57.75	70.74	0.938	1.150
1.630	55.8	58.09	71.16	0.947	1.160
1.635	56.0	58.43	71.57	0.955	1.170
1.640	56.3	58.77	71.99	0.964	1.181
1.645	56.6	59.10	72.40	0.972	1.192
1.650	56.9	59.45	72.82	0.981	1.202
1.655	57.1	59.78	73.23	0.989	1.212
1.660	57.4	60.11	73.64	0.998	1.222
1.665	57.7	60.46	74.07	1.007	1.233
1.670	57.9	60.82	74.51	1.016	1.244
1.675	58.2	61.20	74.97	1.025	1.256
1.680	58.4	61.57	75.42	1.034	1.267
1.685	58.7	61.93	75.86	1.043	1.278
1.690	58.9	62.29	76.30	1.053	1.289
1.695	59.2	62.64	76.73	1.062	1.301
1.700	59.5	63.00	77.17	1.071	1.312
1.705	59.7	63.35	77.60	1.080	1.323
1.710	60.0	63.70	78.04	1.089	1.334
1.715	60.2	64.07	78.48	1.099	1.346

Удѣл. вѣсъ при $\frac{15^{\circ}}{4^{\circ}}$ (без- воздуш. пр.).	Градусы Боуе.	100 вѣсов. ч. химич. чист. кислоты содерж.		1 литръ химич. ч. кислоты содерж. килогр.	
		% SO ₃	% H ₂ SO ₄	SO ₃	H ₂ SO ₄
1.720	60.4	64.73	78.92	1.108	1.357
1.725	60.6	64.78	79.36	1.118	1.369
1.730	60.9	65.14	79.80	1.127	1.381
1.735	61.1	65.50	80.24	1.136	1.392
1.740	61.4	65.86	80.68	1.146	1.404
1.745	61.6	66.22	81.12	1.156	1.416
1.750	61.8	66.58	81.56	1.165	1.427
1.755	62.1	66.94	82.00	1.175	1.439
1.760	62.3	67.30	82.44	1.185	1.451
1.765	62.5	67.65	82.88	1.194	1.463
1.770	62.8	68.02	83.32	1.204	1.475
1.775	63.0	68.40	83.90	1.216	1.489
1.780	63.2	68.98	84.50	1.228	1.504
1.785	63.5	69.47	85.10	1.240	1.519
1.790	63.7	69.96	85.70	1.252	1.534
1.795	64.0	70.45	86.30	1.265	1.549
1.800	64.2	70.94	86.90	1.277	1.564
1.805	64.4	71.50	87.60	1.291	1.581
1.810	64.6	72.08	88.30	1.305	1.598
1.815	64.8	72.60	89.05	1.319	1.621
1.820	65.0	73.51	90.05	1.338	1.639
1.821	—	73.63	90.20	1.341	1.643
1.822	65.1	73.80	90.40	1.345	1.647
1.823	—	73.96	90.60	1.348	1.651
1.824	65.2	74.12	90.80	1.352	1.656
1.825	—	74.29	91.00	1.356	1.661
1.826	65.3	74.49	91.25	1.360	1.666
1.827	—	74.69	91.50	1.364	1.671
1.828	65.4	74.86	91.70	1.368	1.676
1.829	—	75.03	91.90	1.372	1.681
1.830	—	75.19	92.10	1.376	1.685
1.831	65.5	75.35	92.30	1.380	1.690
1.832	—	75.53	92.52	1.384	1.695
1.833	65.6	75.72	92.75	1.388	1.700
1.834	—	75.96	93.05	1.393	1.706
1.835	65.7	76.27	93.43	1.400	1.713
1.836	—	76.57	93.80	1.406	1.722
1.837	—	76.90	94.20	1.412	1.730
1.838	65.8	77.23	94.60	1.419	1.739
1.839	—	77.55	95.00	1.426	1.748
1.840	65.9	78.04	95.60	1.436	1.759
1.8405	—	78.33	95.95	1.441	1.765
1.8410	—	79.19	97.00	1.458	1.786
1.8415	—	79.76	97.70	1.469	1.799
1.8410	—	80.16	98.20	1.476	1.808
1.8405	—	80.57	98.70	1.483	1.816
1.8400	—	80.98	99.20	1.490	1.825
1.8395	—	81.18	99.45	1.494	1.830
1.8390	—	81.39	99.70	1.497	1.834
1.8385	—	81.59	99.95	1.500	1.838

Удѣльный вѣсъ соляной кислоты.

Удѣльн. вѣсъ при $\frac{15^{\circ}}{1^{\circ}}$	Градусы Боуе.	100 гр. кислоты %НСл.	1 литръ содерж. кило- граммовъ	Удѣльн. вѣсъ при $\frac{15^{\circ}}{1^{\circ}}$	Градусы Боуе.	100 гр. кислоты содерж. %НСл.	1 литръ содерж. кило- граммовъ
1,000	0,0	0,16	0,0016	1,115	14,9	22,86	0,255
1,005	0,7	1,15	0,012	1,120	15,4	23,82	0,267
1,010	1,4	2,14	0,022	1,125	16,0	24,78	0,278
1,015	2,1	3,12	0,032	1,130	16,5	25,75	0,291
1,020	2,7	4,13	0,042	1,135	17,1	26,70	0,303
1,025	3,4	5,15	0,053	1,140	17,7	27,66	0,315
1,030	4,1	6,15	0,064	1,1425	18,0	28,14	0,322
1,035	4,7	7,15	0,074	1,145	18,3	28,61	0,328
1,040	5,4	8,16	0,085	1,150	18,8	29,57	0,340
1,045	6,0	9,16	0,096	1,152	19,0	29,95	0,345
1,050	6,7	10,17	0,107	1,155	19,3	30,55	0,353
1,055	7,4	11,18	0,118	1,160	19,8	31,52	0,366
1,060	8,0	12,19	0,129	1,163	20,0	32,10	0,373
1,065	8,7	13,19	0,141	1,165	20,3	32,49	0,379
1,070	9,4	14,17	0,152	1,170	20,9	33,46	0,392
1,075	10,0	15,16	0,163	1,171	21,0	33,65	0,394
1,080	10,6	16,15	0,174	1,175	21,4	34,42	0,404
1,085	11,2	17,13	0,186	1,180	22,0	35,39	0,418
1,090	11,9	18,11	0,197	1,185	22,5	36,31	0,430
1,095	12,4	19,06	0,209	1,190	23,0	37,23	0,443
1,100	13,0	20,01	0,220	1,195	23,5	38,16	0,456
1,105	13,6	20,97	0,232	1,200	24,0	39,11	0,469
1,110	14,2	21,92	0,243				

Реактивы.

Конго-ротъ.

Индикаторъ на кислоту и щелочь. 1 гр. конго-ротъ растворяется въ 1 литрѣ 50% спирта. Въ свободномъ состояніи краска голубого цвѣта, щелочныя же ея соли краснаго. Квасцы не оказываютъ вліянія на этотъ индикаторъ, поэтому его можно примѣнять при пробѣ бумаги на свободную кислоту.

Фенолфталинъ.

1 часть фенолфталина растворяется въ 30 частяхъ 90% (объеми.) спирта.

Розоловая кислота.

1 часть розоловой кислоты растворяется въ 500 частяхъ 80% спирта, и къ раствору прибавляютъ ѣдкаго барія до появленія красноватаго окрашиванія.

Молибденовый растворъ.

150 гр. молибденовокислаго аммонія растворяютъ въ теплой водѣ, растворъ доводятъ до литра и вливаютъ его въ 1 литрѣ азотной кислоты, уд. в. 1,2. Приготовленный такимъ образомъ молибденовый растворъ оставляютъ на 24 часа стоять при 35° C.; выдѣлившійся осадокъ отфильтровываютъ. Иногда осадка не образуется.

Феллигова жидкость по Сокале.

34,630 гр. химически чистой сѣрнокислой мѣди растворяютъ въ 500 куб. сант. воды.

Растворъ селитровой соли (лучше имѣть его возможно чаще свѣжимъ) готовятъ слѣдующимъ образомъ: растворяютъ 173 гр. сѣрнокислой соли калия-натрія въ 400 к. с. воды и къ полученному раствору прибавляютъ 100 к. с. раствора $NaOH$, содержащаго 516 гр. $NaOH$ въ одномъ литрѣ.

Смѣшавъ равныя объемы растворовъ $CuSO_4$ и селитровой соли (оба раствора хранятся отдѣльно и смѣшиваются лишь передъ самымъ употребленіемъ), получаемъ, такъ называемую, Феллигову жидкость.

По Мейслю и Аллину вмѣсто ѣдкаго натра къ селитровой соли прибавляется 125 гр. ѣдкаго кали.

Основной уксуснокислый свинецъ (свинцовый уксусъ).

600 гр. свинцового сахара, $(C_2H_3O_2)_2Pb$, смѣшиваютъ съ 200 гр. свинцового глета (PbO), нагреваютъ на водяной банѣ до сплавления и обливаютъ 2 литрами воды. Послѣ 12 часового стоянія въ тепломъ мѣстѣ при взбалтываніи, отфильтровываютъ осадокъ, а фильтратъ сохраняютъ въ хорошо закупоренныхъ стекляшкахъ.

Растворъ іодистаго цинка въ крахмальномъ клейстерѣ (цинкъ-іодъ-крахмалъ).

Въ фарфоровой ступкѣ растираютъ съ водой 4 гр. крахмала и полученное такимъ образомъ крахмальное молоко понемногу подливаютъ при постоянномъ помѣшиваніи къ нагретому до кипѣнія раствору 20 гр. хлористаго цинка въ 100 к. с. воды. Нагреваніе продолжаютъ, подливая испаряющуюся воду, до тѣхъ поръ, пока крахмалъ не растворится и жидкость сдѣлается почти прозрачной. Затѣмъ, разбавляютъ водой и прибавляютъ 2 гр. сухого іодистаго цинка, дополняютъ до литра и фильтруютъ. Фильтрованіе идетъ очень медленно. Реактивъ долженъ сохраняться въ темнотѣ и, разбавленный въ 50 разъ, при подкисленіи сѣрной кислотой не долженъ окрашиваться въ синій цвѣтъ.

Несслеровъ реактивъ.

Іодной ртути 10 гр., іодистаго калия 5 гр., ѣдкаго натра 20 гр., дистиллированной воды 100 к. с.

Іодная ртуть растирается съ водой въ фарфоровой ступкѣ и смывается въ колбу, куда прибавляютъ іодистый калий. Ёдкій натръ растворяется въ незначительной еще водѣ и вполнѣ охлажденный растворъ вливается въ ту же колбу.

Реактивъ готовъ черезъ нѣсколько дней, когда онъ сдѣлается вполнѣ прозрачнымъ.

Сохранять въ темнотѣ, въ плотно закупоренной стекляшкѣ.

Растворъ дифениламина. (реакція на HNO_3).

2 гр. чистаго дифениламина (т. пл. 54°) растворяютъ въ 20 к. с. разбавленной (1:3) сѣрной кислоты и разбавляютъ до 100 к. с. кружкой сѣрной кислотой.

Растворъ метафенилендіамина (реакція на HNO_2).

5 гр. чистаго (т. пл. 63°) метафенилендіамина растворяютъ въ водѣ, къ которой прибавляютъ по каплямъ разбавленной сѣрной кислоты до за-

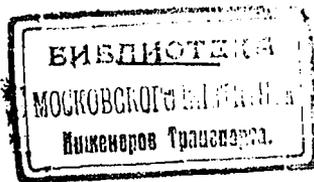
мѣтно кислой реакціи. Полученный раствор разбавляютъ дистиллированной водой до литра. Если растворъ окрашенъ, его можно профильтровать черезъ животный уголь.

Р е а к т и в ь М о з е р а .

Состоитъ изъ 1000 к. с. дистиллированной воды, 100 к. с. раствора кислаго сѣрнестокислаго натрія ($NaHSO_3$) уд. в. 1,3082 при $15^\circ C$., 150 к. с. воднаго раствора фукенина (1:1000) и 15 к. с. сѣрной кислоты уд. в. 1.84. Въ стеклянку емкостью около 1500 к. с. наливаютъ 150 к. с. раствора фукенина, затѣмъ 100 к. с. раствора $NaHSO_3$ и, хорошо перемѣшавъ, разбавляютъ 1000 к. с. воды. Затѣмъ, прибавивъ сюда 15 к. с. сѣрной кислоты, оставляютъ стоять до тѣхъ поръ, пока жидкость не сдѣлается совершенно безцвѣтной, что наступастъ черезъ 10 - 12 часовъ. Этотъ реактивъ даетъ ясное красное окрашиваніе даже при содержаніи альдегида 1 на 200.000 частей.

П р и г о т о в л е н і е п а л л а д і е в а г о а с б е с т а .

Къ водному раствору 1 гр. хлористаго палладія прибавляютъ нѣсколько кубическихъ сантиметровъ муравьинокислаго натрія и потомъ углекислаго натрія до сильно щелочной реакціи. Къ жидкости сейчасъ же прибавляютъ 1 гр. волокнистаго мягкаго асбеста, при чемъ получается довольно густая кашка. Избытокъ воды изъ нея удаляютъ отсасываніемъ, а густую массу высушиваютъ при умѣренномъ нагреваніи. Сухое вещество размачиваютъ въ теплой водѣ и отмываютъ на воронкѣ отъ всѣхъ растворимыхъ солей.



Атомные вѣса элементовъ 1909.

O = 16,00.					
Азотъ	N	14,04	Неодимій	Nd	143,6
Алюминій	Al	27,1	Неемъ	Nc	20,
Аргонъ	A	39,9	Нивкель	Ni	58,7
Барій	Ba	137,4	Нюбій	Nb	94
Бериллій	Be	9,1	Олово	Sn	119
Боръ	B	11	Осмій	Os	191
Бромъ	Br	79,96	Палладій	Pd	106,5
Ванадій	V	51,2	Платина	Pl	194,8
Висмутъ	Bi	208,5	Прозодимій	Pr	140,5
Водородъ	H	1,008	Радій	Ra	225
Вольфрамъ	W	184	Родій	Rh	103
Гадолиний	Gd	156	Ртуть	Hg	200
Галлій	Ga	70	Рубидій	Rb	85,5
Гермій	Ge	4	Рутеній	Ru	101,7
Германій	Ge	72,5	Самарій	Sa	150,3
Железо	Fe	55,9	Свинець	Pb	206,9
Золото	Au	197,2	Селенъ	Se	79,2
Индій	In	115	Серебро	Ag	107,93
Иридій	Ir	193	Скандій	Sc	44,1
Иттербій	Yb	173	Стронцій	Sr	87,6
Иттрий	Y	89	Сурьма	Sb	120,2
Йодъ	I	126,97	Сѣра	S	32,06
Кадмій	Cd	112,4	Таллій	Tl	204,1
Калий	K	39,15	Танталъ	Ta	183
Кальцій	Ca	40,1	Теллуръ	Te	127,6
Кислородъ	O	16	Тербій	Tb	160
Кобальтъ	Co	59	Титанъ	Ti	48,1
Кремній	Si	28,4	Торій	Th	232,5
Криптонъ	Kr	81,8	Тулій	Tu	171
Ксенонъ	X	128	Углеродъ	C	12
Лантанъ	La	138,9	Уранъ	U	238,5
Литій	Li	7,03	Фосфоръ	P	31
Магній	Mg	24,36	Фторъ	F	19
Марганецъ	Mn	55	Хлоръ	Cl	35,45
Молибденъ	Mo	96	Хромъ	Cr	52,1
Мышьякъ	As	75,0	Цезій	Cs	132,9
Нѣдь	Cu	63,6	Церій	Ce	140,25
Натрій	Na	23,05	Цинкъ	Zn	65,4
			Цирконій	Zr	90,6
			Эрбій	Er	166

