растворов перманганата калия различной (0,1 и 0,05-н.) концентрации. К прокипяченному в течение часа раствору перманганата добавляли на литр раствора 10—15 г каолина, прокаленного или высушенного при 150—200°. Один раствор (*А*) выдерживали не менее часа и фильтровали через стеклянный пористый фильтр № 3, другой раствор (*Б*) также выдерживали не менее часа, но не фильтровали. Пипеткой осторожно отбирали пробы для определения титра. Результаты наблюдений, представленные в табл. 2, показывают, что при фильтровании жидкости титр раствора стабилизуется уже через 3 часа.

Опыт приготовления указанным методом титрованных 0,05-н. растворов также привел к удовлетворительным результатам.

Ф. М. МАРШАК

СЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ ТОНКОДИСПЕРСНЫХ РАЗБАВЛЕННЫХ СУСПЕНЗИЙ

(Институт геологических наук Академии Наук СССР)

При использовании седиментометра Н. А. Фигуровского для исследования тонких и слабо концентрированных суспензий выявляются некоторые недочеты способа, которые могут быть легко исправлены.

1. Не следует, по нашему мнению, рекомендовать пользование коромыслом из простого стекла. Для такого коромысла деформация, как показал опыт, не всегда линейно зависит от нагрузки. Коромысло выходит из строя, т. е. совершенно перестает подчиняться закону Гука, несмотря на тщательное термостатирование и независимо от того, было ли коромысло под нагрузкой или нет. При одной и той же нагрузке самопроизвольный прогиб часто продолжается в течение нескольких минут. Вполне надежные и воспроизводимые данные при градуировке и быстрое, практически моментальное затухание дает лишь кварцевое коромысло.

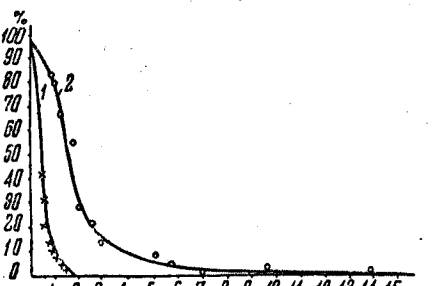
2. Недостатком метода является невозможность рассчитать для разбавленных суспензий предел кривой седиментации, необходимый для получения кривых распределения частиц суспензии.

При построении кривых седиментации каждая точка кривой выражает количество суспендированного вещества, выпавшего к данному моменту. Предел, к которому стремится кривая, выражает оседание 100% вещества. Таким образом, количество вещества, выпавшее к любому времени, может быть выражено в процентах от общего количества.

Для малых концентраций тонкодисперсных суспензий в течение доступного отрезка времени (1—2 часа) практически полного оседания всей суспензии не наступает и таким образом непосредственно получить предельную точку кривой (т. е. величину деформации коромысла по окончании опыта) практически невозможно.

Неприменима и формула Н. А. Фигуровского[1], служащая для расчета предельной точки кривой на основании данных градуировки: $\delta_1 - \delta_x = kP'$, где δ_1 и δ_x соответственно начальное и искомое показания микроскопа, k — равно тангенсу угла наклона прямой градуировки, P' — вес выпавшего на чашечку вещества с гидростатической поправкой. Выражение $P' = \frac{\pi r^2 H}{f}(D-d)g$ (r — радиус чашечки, H — высота оседания, D и d — удельные веса вещества и среды) является, повидимому, источником неточности предложенного расчета, возможно потому, что удельные веса для частиц значительной степени дисперсности не соответствуют величинам, принятым для макрочастиц.

Для определения предельной точки кривой седиментации мы пользовались величиной навески, взятой для анализа, и градуировочной кривой данного коромысла.



Суммарные кривые седиментационного анализа для гетита

Цена деления кварцевого коромысла определялась градуировкой в метиловом спирте по микроскопу с помощью разновесов.

Предел кривой оседания находим следующим расчетом:

$$P_x = \frac{\pi r^2 h}{P^2 H}, \quad \delta_1 - \delta_2 = Q;$$

$$\frac{P_x}{Q} = \delta_x - \delta_1,$$

где P — вес вещества в столбе суспензии, P_x — количество вещества над чашечкой, Q — цена деления при деформации коромысла в граммах, $\delta_x - \delta_1$ — конечная

[1] Н. А. Фигуровский, Современные методы седиментационного анализа (1939).

величина деформации коромысла при полном осаждении — предел кривой, r и R — радиус чашечки и цилиндра.

Этот прием приближенного расчета, неоднократно нами проверенный, давал вполне удовлетворительные результаты. На рисунке приведены результаты седиментационного анализа ~ 0,08%-й суспензии гетита. Анализ проводился в водяном термостате (25 ± 0,1°). Диаметр стеклянной чашечки 2,7 см, диаметр цилиндра, в котором производились измерения, — 4,8 см, общая высота суспензии 12 см, глубина погружения чашечки 8,8 см. Отсчетный микроскоп с ценой деления 0,1 мм (увеличение 24). Образцы для анализа — наиболее тонкие фракции гетита, получившиеся в результате воздушной сепарации полидисперсных порошков в приемнике за сепарационной трубой [2]. Определение под микроскопом (увеличение 640) дало среднюю величину частиц порядка 0,7 μ. Косвенный анализ на весах Фигуровского, как показывает кривая *1*, удовлетворительно подтверждает результаты. Доминирующая фракция с диаметром частиц меньше 1 μ содержится в количестве около 90% от всей массы; частиц от 1 и 2 μ содержится 10% (частиц, близких к 2 μ в поле зрения микроскопа заметить не удалось). Кривая *2* характеризует порошок, находившийся впереди последней сепарационной трубы — в этом случае частиц диаметром меньше 1 μ оказалось всего ~15%, доминирующее же количество (~ 85%) составляют частицы диаметром от 1 до 15 μ [3].

Таким образом, седиментационные весы Н. А. Фигуровского, с учетом вышеупомянутых поправок, при тщательной работе могут быть использованы для разбавленных тонкодисперсных суспензий.

[2] Ф. М. Маршак. Коллоидный журнал, 1 (1949).

[3] Проведены седиментационные анализы других минералов, как-то: кварца, галенита, пирита. Однако результаты не были проверены под микроскопом, так как совершенно прозрачные частицы кварца и непрозрачные частицы галенита и пирита в отличие от полупрозрачного гетита не дают резко очерченных контуров.

М. А. БЛОХИН

РЕНТГЕНОВСКАЯ ТРУБКА ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА ПОВЫШЕННОЙ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ

(Всесоюзный институт минерального сырья)

Разборная рентгеновская трубка повышенной чувствительности для спектрального анализа была сконструирована по следующему принципу [1]: рентгеновские лучи выпускаются из трубки в спектрограф по направлению катодных лучей. Для этого нить накала расположена рядом с окошком. Чтобы электроны не прожигали фольгу окошка, катод и цепь подогрева изолированы от земли и заземляются через сухую батарею, поддерживающую катод под потенциалом 20 в относительно заземленного корпуса трубки.

Интенсивность непрерывного спектра, т. е. того фона, на котором выделяются спектральные линии, достигает максимума в направлении, почти перпендикулярном к направлению катодного пучка. В этом направлении выпускаются рентгеновские лучи почти во всех существующих конструкциях рентгеновских трубок. Это значительно снижает контрастность линейчатого спектра, а следовательно уменьшает чувствительность анализа, достигающую обычно 0,1%.

Между тем, в направлении, обратном катодному пучку, интенсивность непрерывного спектра для тонкого анода теоретически близка к нулю. Из-за рассеивания электронов в поверхностном слое обычного антикатода изменяется направление движения электронов, что дает в толстом аноде некоторую слагающую непрерывного спектра в обратном направлении. По имеющимся в литературе данным, интенсивность непрерывного спектра в обратном направлении уменьшается всего в три раза; для тяжелых металлов это уменьшение вообще незаметно.

Для того чтобы получить максимальный эффект, необходимо взять такой материал для антикатода, который по возможности мало рассеивает катодный пучок. Чем меньше атомный номер вещества антикатода, тем меньше рассеивается катодный пучок. Материал антикатода должен обладать также хорошей теплопроводностью. Обоим этим требованиям удовлетворяет алюминий.

Заменив обычный материал антикатода — медь алюминием, можно уменьшить интенсивность непрерывного спектра более чем в два раза и значительно уменьшить интенсивность в направлении, обратном катодному пучку. Это позволяет настолько увеличить контрастность линейчатого спектра, что чувствительность анализа увеличится почти до 0,01%.

Разработанная рентгеновская трубка (см. рисунок) имеет разборный корпус, состоящий из двух половин, соединяющихся четырьмя винтами. Между половинками зажато резиновое кольцо. Одна половина имеет охлаждаемое водой окошко и два вывода для катода, изолированных фарфоровыми трубочками, фарфоровым кольцом и резиновой шайбой, т. е. без обычного вывода на хрупком пищение. Вторая половина

[1] М. А. Блохин, Заводская лаборатория, V, 9, 1125 (1936).