

В. П. ПЕТРОВ

ИММЕРСИОННЫЙ МЕТОД
В ПРИМЕНЕНИИ
К ДРОБЛЕННЫМ ПОРОДАМ

ГОСГЕОЛИЗДАТ
1949

В. П. ПЕТРОВ

ИММЕРСИОННЫЙ МЕТОД
В ПРИМЕНЕНИИ
К ДРОБЛЕННЫМ ПОРОДАМ



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ИЗДАТЕЛЬСТВО
ГЕОЛОГИЧЕСКОЙ ЛИТЕРАТУРЫ
МОСКВА 1949

О ГЛАВЛЕНИЕ

Иммерсионный метод определения показателей светопреломления

I. Сущность метода	3
II. Набор иммерсионных сред	5
1. Исходные материалы	6
2. Выбор исходных материалов и изготовление набора жидкостей	8
3. Хранение набора жидкостей	12
4. Изготовление набора сплавов	13
5. Изменение показателей преломления иммерсионных сред	16
6. Измерение показателей преломления сплавов и высоко-преломляющих жидкостей методом призмы	23
III. Определение показателей преломления минеральных зерен	25
1. Определение показателей преломления изотропных веществ	25
2. Определение показателей преломления двупреломляющих веществ	28
3. Определение показателей преломления в одном зерне	29
4. Время, потребное для определения показателей преломления	30
IV. Специальная аппаратура и разновидности метода	31
1. Метод двойной вариации	31
2. Теодолитно-иммерсионный метод	32
3. Определение показателей преломления жидкостей без рефрактометра	33
V. Применение иммерсии	33

Иммерсионный метод определения удельного веса

I. Сущность метода	35
II. Производство определения	36
III. Изготовление набора иммерсионных сред	39
1. Исходные материалы	39
2. Определение удельного веса жидкостей	43
IV. Перспективы метода иммерсионного определения удельного веса	47
Литература	48

Редактор М. В. Семенова

Техредактор М. П. Мишина

Сдано в набор 15/X 1948 г.

Подписано к печати 20/XII 1948 г.

Формат 60×92^{1/16}

Объем 3 п. л. Уч.-изд. 2,9

А-11154

Цена 2 р. 90 к.

Зак. 1383

Тираж 3000.

1-я типография Госгеолиздата, 2-я Мещанская ул., д. 97

ИММЕРСИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ СВЕТОПРЕЛОМЛЕНИЯ

I. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Иммерсионный метод определения показателей светопреломления, т. е. метод сравнения показателя преломления искомого вещества с заранее известным показателем преломления какой-либо жидкости, пользуется сейчас весьма широкой популярностью благодаря своей простоте, точности и, что особенно важно, возможности определения светопреломления вещества на его мельчайшем зерне.

Сущность иммерсионного метода сводится к следующему.

Если жидкость и погруженное в нее вещество имеют различные показатели преломления, то при наблюдении под микроскопом между ними видна граница, которая тем резче, чем сильней различаются показатели преломления. Обнаружив разницу в показателях преломления, необходимо установить, больше или меньше показателя¹ жидкости показатель преломления вещества. Это можно определить при помощи явления, известного под названием полоски Бекке, заключающегося в том, что на одной стороне границы между двумя разно преломляющими веществами, при относительно крупных увеличениях, можно заметить более сильно освещенную полоску, которая сдвигается при перемещении тубуса микроскопа. Бекке удалось подметить следующую важнейшую особенность передвижения этой полоски: при подъеме тубуса микроскопа полоска движется в сторону минерала с большим показателем преломления². При опускании тубуса получается обратная картина.

¹ Здесь и дальше показатель преломления жидкости называется показателем жидкости.

² Занимающемуся иммерсионным методом необходимо правило движения полоски Бекке выучить наизусть. Лодочников [2, стр. 145] рекомендует следующее мнемоническое правило: при Подъеме тубуса микроскопа полоска Бекке перемещается в Положительную сторону, т. е. в сторону вещества с большим светопреломлением, а при Опускании—в Отрицательную сторону, т. е. в сторону минерала с меньшим преломлением.

Характер движения полоски Бекке был установлен эмпирически. Это явление в последнее время разобрано И. В. Обреимовым, который рассматривает полоску Бекке как результат интерференции двух лучей, один из которых прошел через минерал, а другой — через жидкость, в которую погружен этот минерал. При прохождении через среды с разным светопреломлением эти лучи приобретают некоторую разность хода, вызывающую в результате интерференции усиление или ослабление силы света. В белом свете для главной массы составляющих его волн ближайшие к границе зерна максимумы такого усиления или ослабления совпадают и дают одну четкую светлую полосу, параллельную границе зерна (полоска Бекке). В монохроматическом свете часто видны и более далекие максимумы в виде чередующихся темных и светлых полос, располагающихся в самом зерне и вокруг него, параллельно его границам.

В учебниках часто дается и другое объяснение полоски Бекке. Оно относится к тем зернам, форма которых напоминает двояковыпуклую линзу. Возможно, что на общем эффекте сказываются оба явления и одно усиливает другое. Действительно, если обломок, употребляемый для сравнения показателей преломления, по краям тоньше, чем в центре, и светопреломление его выше, чем у окружающей среды, он действует как собирающая линза, если же светопреломление его ниже — как рассеивающая. Отсюда понятно, что при подъеме тубуса, если микроскоп сфокусирован на зерно с большим, чем у жидкости, показателем преломления, световая полоса сдвигается к внутренней части зерна. При опускании зерно становится менее освещенным, световой же ореол передвигается к краям зерна и, наконец, окружает его. Если показатель преломления среды выше показателя преломления зерна, то картина обратная: при опускании тубуса полоска движется на зерно.

Определение показателя преломления обычно производят в двух случаях: для определения вещества и при необходимости подробной характеристики уже определенного вещества (определение номера плагиоклаза и т. д.). Во втором случае требуются значительно большая точность работы, а в связи с этим и несколько иные практические приемы.

В большинстве случаев достаточная точность определения (в пределах двух-трех единиц третьего знака), может быть достигнута при сравнении искомого показателя с показателями иммерсионных сред, заготовленных в виде стандартного набора, обычно состоящего из 100—120 жидкостей.

II. НАБОР ИММЕРСИОННЫХ СРЕД

Определение показателя преломления можно вести пользуясь готовым набором жидкостей¹. Хорошо изготовленный набор может сохраняться в течение 1—2 лет без проверки. Однако лучше изготавливать набор жидкостей самостоятельно, если, конечно, для этого есть возможность (наличие какого-либо рефрактометра или гoniометра). При самостоятельном изготовлении набора жидкостей в ряде случаев можно использовать плохо сохраняющиеся, но более удобные в работе смеси.

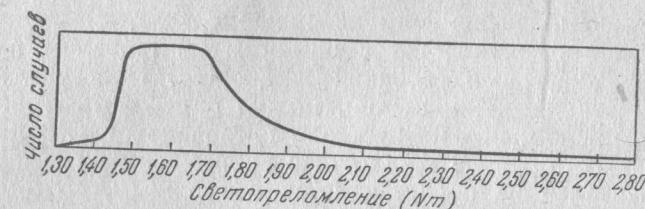


Рис. 1. Распространенность прозрачных минералов в зависимости от их среднего светопреломления

Согласно подсчетам Е. Ларсена [3], распределение естественных минералов по показателям преломления весьма своеобразно: из общего числа 1700 минералов, для которых известно светопреломление, 54% обладают показателями преломления между 1,475 и 1,700; 2% — исключительно высокими показателями (более 2,70) и не более 1% исключительно низкими (ниже 1,400) (рис. 1).

Это соотношение мало изменится, если вместо естественных минералов рассматривать вообще твердые тела. Большинство жидкостей имеет показатель около 1,400 и только отдельные жидкости выше 1,600. Наиболее высокий показатель (1,74) среди жидкостей имеет иодистый метилен (CH_2J_2). Показатель иодистого метиlena можно повысить до 1,86 растворением в нем иодистой ртути, иодистого олова, иодоформа и серы; при растворении в CH_2J_2 сернистого фосфора и серы показатель жидкости повышается до 2,06. Все остальные вещества в жидком виде имеют значительно более низкий показатель. Перечисленные выше растворы в иодистом метилене в работе не удобны. Особую осторожность приходится соблюдать при работе с растворами, в которых

¹ Наборы иммерсионных сред изготавливает специальная лаборатория ВИМС в Москве.

присутствует фосфор. Они ядовиты и опасны в пожарном отношении (самовозгораются на фильтровальной бумаге). В качестве иммерсионной среды с показателями преломления выше 1,74 обычно используют твердые легкоплавкие вещества. Как таковые предлагаются сплавы: 1) серы и селена ($N=1,98-2,9$); 2) пиперина и иодидов (SbJ_3 и AsJ_3 в отношении 3 : 1, $N=1,66-2,10$); 3) изотропных кристаллов галлоидов таллия ($N=2,2-2,9$).

1. Исходные материалы

Нормальный набор иммерсионных сред содержит около ста отдельных жидкостей с обычным интервалом в 0,003 между показателями соседних жидкостей. Пользуясь набором иммерсионных жидкостей, можно определить любой показатель преломления вещества в интервале от 1,43 до 1,80.

Подобрать простые жидкости с равномерным повышением их показателей не представляется возможным, поэтому для получения жидкости нужного светопреломления обычно искусственно смешивают две жидкости с разными показателями,

Таблица 1

Список показателей преломления иммерсионных жидкостей

Наименование иммерсионной жидкости	Показатель преломления при 15° Ц	Температура кипения в °Ц
Метиловый спирт	1,330	66
Вода	1,333	100
Этиловый эфир	1,352	35
Ацетон	1,325—1,361	56,6
Этиловый спирт	1,362—1,367	78
Гексан	1,375—1,387	71
Гептан	1,387—1,411	98,4
Паральдегид	1,407	
Этилмонохлорацетат	1,420	144,2
Этилдихлорацетат	1,453	—
Хлористый этилен	1,444—1,447	84
Хлороформ	1,444—1,447	61,5
Керосин	1,448—1,455	
Глицерин	1,473 и ниже	290
Лавандовое масло	1,460—1,463	188
Четыреххлористый углерод	1,463	
Оливковое масло	1,469—1,476	
Скипидар	1,469—1,472	160
Миндальное масло	1,475	
Касторовое масло	1,480	265
Льняное масло	1,485	
Ортоксиол	1,495—1,503	139

Окончание таблицы 1

Наименование иммерсионной жидкости	Показатель преломления при 15° Ц	Температура кипения в °Ц
Параксиол	1,485	137,7
Толуол	1,496—1,503	110
Бензол	1,498—1,500	80,4
Псевдокумол	1,480—1,505	170
Кедровое масло	1,507—1,516	
Иодистый этил	1,513—1,516	72
Салициловый этил	1,525	
Монохлорбензол	1,527	132
Укропное масло	1,529—1,538	188
Гвоздичное масло	1,530—1,535	
Канадский бальзам	1,520—1,540	
Бромистый этилен	1,536—1,539	131
Салициловый метил	1,539	
Нитротолуол	1,546	
Нитробензол	1,553	209
Коричноэтиловый эфир	1,559—1,560	271
Диметиланилин	1,558—1,569	192
Монобромбензол	1,660	155
Анисовое масло	1,548—1,500	220
Бензойно-бензиловый эфир	1,570	
Анилин	1,583—1,588	184
Коричное масло	1,585—1,649	225
Монохлоранилин	1,592	207
Бромоформ	1,588—1,597	151
Моноиодбензол	1,619—1,625	188
Хинолин	1,586—1,623	239
Броманилин	1,627	251
Сероуглерод	1,620—1,629	47
Альфа-монохлорнафталин	1,639	260
Альфа-монобромнафталин	1,649—1,661	279
Альфа-иоднафталин	1,697	
Иодистый метилен	1,736—1,742	181
Раствор серы и иодидов в иодистом метилене (жидкость)	до 1,86	
Раствор тетраиодэтгена в иодистом метилене	до 1,81	
Монобромистый селен (смешивается с иодистым метиленом)	до 1,96	
Раствор фосфора и серы в иодистом метилене (жидкость) ¹	до 2,06	
Сплав пиперина и иодидов (твердый)	1,66—2,10	110—130
Сера } (твердые, легко сплавляются)	1,89—1,98	
Селен } (твердые, легко сплавляются)	2,92	
Смешанные кристаллы галлоидов таллия	2,2—2,9	
Сплавы селена и селенистого мышьяка	2,72—3,17	

¹ Для приготовления берется фосфор, сера и иодметилен в отношении 8 : 1 : 1. Жидкость самовозгорается на фильтровальной бумаге. При изготовлении, работе и хранении соблюдать особые предосторожности. Н. Д. Топор (личное сообщение, 1946 г.).

в разных пропорциях. Обычно для полного набора бывает достаточно пять-шесть или даже меньше исходных, смешивающихся между собой жидкостей. От выбора этих жидкостей зависит качество и свойства набора.

Ниже в табл. 1 приводится список наиболее распространенных жидкостей, с указанием их показателей преломления и температуры кипения.

2. Выбор исходных материалов и изготовление набора жидкостей

Жидкость с низкими показателями преломления, от 1,33 до 1,47, наиболее легко получить растворением глицерина в воде. Получающийся набор весьма стоеч и удобен в обращении: жидкости легко смываются с препарата водой и собираются фильтровальной бумагой. Недостатком глицеринового набора является способность входящих в него жидкостей растворять очень многие вещества, имеющие показатели преломления в указанном интервале, например мирабилит, соду, различные сульфаты (алуноген) и т. д. При растворении в жидкости вещества показатель преломления ее меняется, и получающиеся в ней при этом концентрационные токи мешают наблюдению полоски Бекке. То же следует сказать и о смесях спирта и воды. Хороши в этом отношении жидкости, легко приготавляемые путем смешения ксиола и паральдегида, но вследствие сильной и неодинаковой летучести компонентов они легко меняют свой показатель и очень быстро испаряются, из-за чего иногда не удается провести измерение.

Весьма удобны для работы низкокипящие дестилляты нефти¹. Беря дестилляты, разогнанные при температурах, различающихся на 5—6°, можно получить весьма дробный набор, состоящий хотя и из очень летучих жидкостей, но не изменяющих своего показателя даже при упаривании их до половины первоначального объема. Несомненно, это лучший набор для данного интервала.

Для определения показателей преломления в интервале 1,47—1,60 существует два набора: 1) масляный и 2) углеводородный, обладающие весьма различными свойствами.

Масляный набор состоит из различных масел; обычно, при этом используются легко смешивающиеся между собой олив-

ковое, касторовое, гвоздичное¹, анисовое и коричное масла.

Достоинство масляного набора заключается в его исключительном постоянстве: при аккуратной работе набор сохраняется в течение ряда лет почти без изменения показателей жидкостей. Недостатком его является большая вязкость масел: они с трудом проникают под покровное стекло, плохо собираются фильтром и с трудом отмываются от препарата. Вследствие неудобства работы с масляным набором им пользуются только в тех случаях, когда имеется большое количество исследуемого вещества и возможно на каждый препарат использовать новую его порцию. Если же приходится работать с одним или несколькими зернами, перенося их из одной жидкости в другую, лучше пользоваться легко отмывающимися углеводородными жидкостями (смеси хлороформа, хлористого этилена, бензола, бромистого этилена, хлор- и бромбензола), несмотря на то, что они более летучи и легко меняют показатель. Если нет возможности часто проверять жидкости, углеводородным набором пользоваться нельзя; в экспедиционных условиях также следует иметь только масляный набор.

Жидкости с показателями преломления от 1,45 до 1,63 можно приготовить, смешивая в разных пропорциях дестиллят керосина, кипящий при температуре 220—225°, и альфа-монохлорнафталин. Эти жидкости имеют примерно одинаковые упругости пара и весьма устойчивы при хранении. По свидетельству Р. Бутлера, изготовленные им жидкости, после пользования в течение года максимально изменили свои показатели на 0,0003, а в среднем на 0,0001, что указывает на их большую устойчивость.

Для наборов жидкостей с показателем преломления выше 1,63 используются: бромоформ, альфа-монохлорнафталин, альфа-монобромнафталин, альфа-моноиоднафталин и иодистый метилен. Смеси этих жидкостей относительно постоянны. Жидкости, содержащие иодистый метилен, темнеют на свету; во избежание потемнения в них следует опустить кусочек меди или олова².

¹ Гвоздичное масло обладает весьма устойчивой дисперсией и показателем преломления, близким к кварцу, почему оно совершенно незаменимо как иммерсионная среда в тех случаях, когда необходимо рассмотреть или подсчитать количество посторонних частиц в преобладающем кварце (например в кварцевом песке). Кварц, погруженный в гвоздичное масло, не бросается в глаза, но вместе с тем легко виден благодаря «дисперсионной» окраске кварцевого зерна и голубой—окружающего его пространства.

² Потемневший иодистый метилен легко обесцвечивается при энергичном взбалтывании его с небольшим количеством ртути.

¹ Сб. «К практике иммерсионного метода», стр. 10 [9].

Для изготовления высокопреломляющих растворов иодидов в иодистом метилене (до $N=1,86$) берется на 100 частей иодистого метиlena 35 частей иodoформа 31 часть иодистого олова, 16 частей иодистого мышьяка и 8,0 частей иодистой сурьмы. Смесь подогревается до растворения, охлаждается, отстаивается и отфильтровывается. Иodoформ для изготовления жидкости следует брать только кристаллический (или очистить порошковатый кристаллизацией его из эфирного раствора). Изготовление жидкости довольно сложно: при малейшем отступлении от рецепта получить максимальный показатель не удается. Хранить эти жидкости следует особо плотно закупоренными; при испарении иодистого метиlena в жидкости с максимальным светопреломлением выпадают кристаллики иодидов, мешающих работе (их можно спутать с исследуемым веществом), поэтому перед работой жидкость необходимо просматривать без препарата. Испарение иодистого метиlena в жидкостях с небольшим содержанием иодидов ведет к сильному повышению показателя этих жидкостей. В жидкости с содержанием иодистого олова не следует опускать металлическое олово (см. Лодочников, стр. 165 [2]).

Показатель преломления около 1,77 легко получить, насыщая иодистый метилен серой; получающаяся жидкость менее ядовита и лучше сохраняется, чем жидкости с иодидами.

Жидкость с показателем преломления в 2,06 и все промежуточные жидкости между ней и иодистым метиленом можно получить, насыщая иодистый метилен серой и фосфором. Такие жидкости были изготовлены Н. Д. Топором и использованы для определения светопреломления комплексных соединений платины. Эти жидкости весьма удобны в работе и очень устойчивы.

Для получения жидкости с $N_D=2,04$ при 20°Ц , Н. Д. Топор смешивал под водой желтый фосфор, серу и иодистый метилен в отношении 8 : 1 : 1 (40 г желтого фосфора, 5 г серы и 5 г иодистого метиlena). Для этого на дно стакана помещается сера, смоченная иодистым метиленом. Все это заливается водой (следить, чтобы сера не всплыла) а затем добавляются мелкие кусочки фосфора (переносить фосфор нужно быстрее, во избежание самовозгорания). После переноса всего фосфора смесь нагревается до 60° (перегревать вредно). Полученная жидкость вместе с водой фильтруется через мокрую тряпку.

Для получения жидкостей с высокими показателями преломления весьма важна чистота исходных материалов. Н. Д. Топор рекомендует очищать технический желтый фос-

фор, растворяя его в сероуглероде, с последующим фильтрованием раствора и выпариванием растворителя при слабом нагревании (около 30°) и при очень сильной тяге (операция очистки неприятна, но если нет чистых материалов, неизбежна).

Полученная исходная жидкость с высоким светопреломлением может быть разбавлена иодистым метиленом в любых пропорциях. Таким образом возможно получить все промежуточные жидкости от $N=1,74$ до $N=2,04-2,06$.

Все жидкости, приготовленные на этой основе, требуют особых предосторожностей при хранении и работе, так как из-за присутствия в них фосфора склонны к самовозгоранию. Приготовленная жидкость не самовозгорается и может сохраняться даже без слоя воды, но весь набор лучше хранить в металлическом ящике без доступа света. Если жидкость хранится под слоем воды, то происходит медленная реакция с выделением H_2S . При низкой температуре (10° и ниже) из концентрированных жидкостей выпадают кристаллы фосфора.

Капли жидкости на стекле и металле не самовозгораются, но на бумаге и дереве при высыхании могут самовозгораться. Во избежание этого фильтровальные бумажки, которыми убирается избыток иммерсионной жидкости при работе, сбрасываются в воду.

Обычно наборы (подбор исходных материалов в них ведется до светопреломления 1,78) составляются в расчете на возможно более долгое хранение без проверки показателей жидкостей. Низкопреломляющие (до 1,47) смеси в таких наборах отсутствуют. Для показателей преломления 1,47—1,63 обычно употребляются масляные наборы.

Помимо перечисленных выше иммерсионных жидкостей, в качестве последних могут употребляться водные растворы солей тяжелых металлов: жидкости Туле, Сушина-Рорбаха и Клейна.

Эти жидкости, особенно жидкость Туле, легко изготавливаются (см. ниже) и относительно лешевы. При максимальной концентрации показатель преломления их весьма высок (табл. 2).

Эти жидкости легко разбавляются водой, давая любой из промежуточных показателей. Недостатком набора таких жидкостей является большая ядовитость и неустойчивость показателей: при испарении воды показатель жидкостей растет очень быстро. К достоинствам набора относится: возможность проверять показатель жидкостей при измерении их удельных весов (особенно важно для лабораторий,

лишенных рефрактометра) и использовать один и тот же набор для определения и светопреломления и удельного веса (см. ниже, стр. 35).

Таблица 2
Высокопреломляющие водные растворы

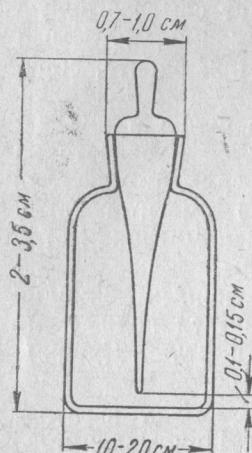
Название жидкости	Химический состав	Максимальный удельный вес	Максимальный показатель преломления
Жидкость Туле . . .	$HgJ_2 \cdot 2KJ + aq$	3,17—3,19	1,71
Жидкость Клейна . . .	$CdO \cdot B_2O_3 \cdot 9W_2O_8 \cdot 2H_2O$	3,6	1,70
Жидкость Сушина-Порбаха	$100BaJ_2 + 130HgJ_2$	3,5	1,79

3. Хранение набора жидкостей

Изготовленные жидкости разливаются в стеклянные пузырьки, объемом в 3—5 см³, с притертой пробкой. Этого количества жидкости хватит на 4—5 лет, после чего набор должен быть заменен целиком. Добавлять в набор вновь приготовленную жидкость не следует; последняя может быть изготовлена из других исходных материалов и, следовательно, будет иначе изменяться при изменениях температуры или высыхания. Различно изменяясь, высокопреломляющая жидкость может сделаться менее преломляющей, чем соседняя, значащаяся более низкой, и т. д. Если требуется большое количество какой-либо жидкости, она изготавливается отдельно. Пользоваться жидкостями из набора для приготовления препаратов в больших количествах не следует, так как, если одна жидкость будет израсходована, то весь набор делается недоступным к работе. В качестве кварцевой среды (с $N=1,54$) для препаратов особенно следует рекомендовать гвоздичное масло, дисперсия которого позволяет удобно отличать кварцевые зерна от плагиоклазов и других минералов с близким светопреломлением.

Рис. 2. Пузырек для хранения иммерсионных жидкостей в иммерсионном наборе

12



Наиболее удобная форма пузырька для хранения жидкостей в иммерсионном наборе приведена на рис. 2. Вообще она безразлична, но важно, чтобы конец палочки, которым заканчивается пробка был совершенно ровным, без стеклянной капли. Такая капля мешает набирать жидкость; она только смачивается ею, тогда как на конец ровной палочки набегает крупная капля иммерсионной жидкости, которая может быть перенесена на препарат.

Обычный набор жидкостей хранится в деревянном ящике с гнездами для каждого пузырька. Соответствующее светопреломление жидкости следует писать непосредственно на пузырьке с жидкостью; писать на пузырьке номер его, с обозначением светопреломления в отдельном списке или на ящике не следует, так как это влечет к дополнительным ошибкам.

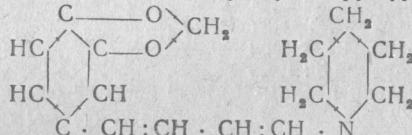
Набор фосфорно-серных с иодистым метиленом жидкостей, как сказано, следует держать в металлическом ящике, в местах, не опасных в пожарном отношении.

Сплавы хранятся в широкогорлых пузырьках соответствующего размера или в пробирках с притертой стеклянной пробкой.

4. Изготовление набора сплавов

До показателя 2,10 используется сплав пиперина¹ с иодидами, выше этого показателя — серы с селеном. При-

¹ Пиперин $C_{16}H_{14}NO_3$ имеет следующую структурную формулу:



Температура плавления 128°. Оптически недеятелен. Находится в семенах перечных растений (в черном или душистом перце), из которых получается следующим образом. Измельченный перец кипятят полчаса с известковым молоком и полученную смесь выпаривают досуха. Остаток извлекают эфиром. Пиперин кристаллизуется в моноклинных призмах из бензола, лигроина и спирта (в 30 частях горячего). В холодной воде почти не растворим, так же как и в петролейном эфире. Хорошо растворим в хлороформе и уксусной кислоте, хуже — в эфире. Кристаллический пиперин почти безвкусен, спиртовый же раствор его жгучий на вкус.

Разведенные кислоты на пиперин не действуют. Концентрированная соляная кислота окрашивает его в желтый цвет, концентрированная серная кислота — в красный. Окраска пропадает при разведении кислоты водой. При кипячении пиперина со спиртовым раствором едкого калия образуется пиперидин и пипериновая кислота (примечание химика В. А. Смирнова).

менять богатые серой серо-сelenовые сплавы (низкопреломляющие) не удобно, так как они быстро кристаллизуются. Смешанные кристаллы солей таллия ядовиты и довольно дороги, как и вообще все препараты таллия.

Сплавы пиперина и иодидов. Температура плавления сплавов немногим более 100°. Пиперин после некоторого нагревания становится смолоподобным и устойчивым, в таком состоянии он годен для определения показателей. Для изготовления сплава берется пиперин и смесь, состоящая из трех частей трехiodистой сурьмы и одной части трехiodистого мышьяка, в пропорции, определяемой по прилагаемой диаграмме (рис. 3).

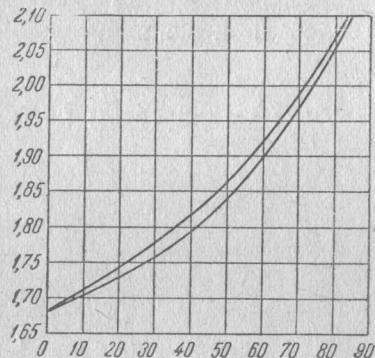


Рис. 3. Кривая светопреломления смесей пиперина и иодидов. По абсциссе отложены проценты иодидов из смеси SbJ_3 и AsJ_3 в отношении 3 : 1, по ординате — показатели преломления

в противном случае пиперин обугливается и сплав делается непрозрачным. Длительное нагревание сплава также очень вредно, так как при температуре его плавления иодиды весьма летучи, а потеря их сильно меняет показатель сплава. Иодиды, находящиеся в продаже, обычно загрязнены. Ларсен рекомендует очищать их, кристаллизуя из раствора в горячем ксиоле. Показатель преломления сплава сначала довольно быстро увеличивается, но по истечении 1—1,5 месяцев становится постоянным, и повторное нагревание на него не влияет. Верхняя кривая на рис. 3 дает показатели после того, как они приобрели постоянную величину, а нижняя — светопреломление свежеприготовленных препаратов.

Сплавы серы и селена. Исходные материалы смешиваются в порошке в пропорциях, определяемых по диаграмме, указанной на рис. 4, и сплавляются в пробирке; при

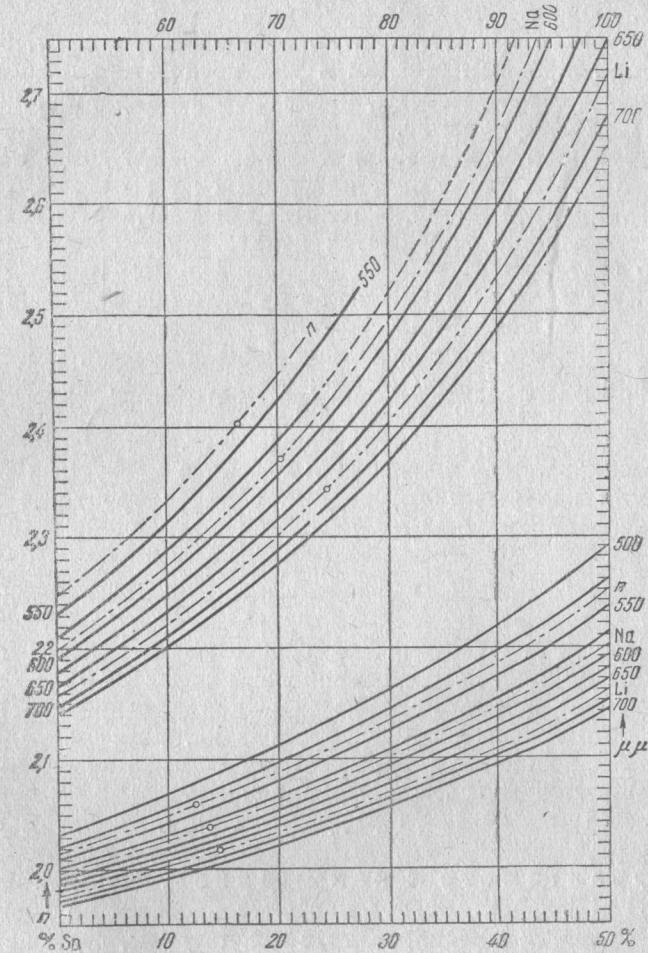


Рис. 4. Кривые светопреломления сплавов серы и селена

этом надо следить, чтобы нагревание не было слишком сильным, иначе потеря серы (легко летучей) может сильно повысить показатель сплава. Богатые серой сплавы имеют показатель, колеблющийся в зависимости от способа приготовления: сильным нагреванием и закалкой показатель их может быть поднят на пять единиц второго знака после запятой.

Сплавы, богатые серой, очень легко кристаллизуются, и работа с ними весьма затруднена. Закалкой и сильным нагреванием нам удавалось задержать кристаллизацию их на 10—15 мин. При изготовлении препарата сплав лучше смешать с исследуемым веществом в порошкообразном виде, закрыть препарат покровным стеклом и уже после этого нагревать до получения аморфной среды, после чего препарат нужно охладить на влажной тряпке.

Измерение показателей в сплавах, содержащих мало селена (до 20%), ведут при натровом свете; сплавы, богатые селеном, пропускают только литиевый свет, почему и в белом свете обычно получаются показатели вещества для литиевого света.

Сплавы селена и селенистого мышьяка. Обращение со сплавами селена и селенистого мышьяка примерно то же, что и со сплавами серы и селена. Смеси плавятся при относительно низких температурах, но они густо окрашены, и поэтому измерения показателей преломления с их помощью ведутся при красном свете. Смеси приготавливаются сплавлением мышьяка и селена в требуемых пропорциях. Для получения однородных сплавов требуется весьма тщательное перемешивание исходных материалов.

5. Измерение показателей преломления иммерсионных сред

Измерение показателя преломления жидкости обычно производится при помощи приборов, называемых рефрактометрами. Мы опишем два из них, наиболее распространенные в петрографических лабораториях. Для определения светопреломления высокопредомляющих жидкостей и сплавов пользуются методом призмы или методом интерферометра, так как пользоваться рефрактометрами в этом случае нельзя.

Рефрактометр с полушарием. Из многочисленных систем рефрактометров наиболее удобным во всех отношениях является рефрактометр с полушарием, один из типов которых представлен на рис. 5. Полушарие *A*, являющееся основной частью прибора, изготовлено из свинцового стекла с показателем преломления 1,7—1,9. Оптическая труба *B* соединена неподвижно с лимбом *V* и сконцентрирована так, что ось ее вращения проходит через центр полушария. Измерение показателя жидкости производится следующим образом.

Испытуемая жидкость помещается на полированную площадку в центре полушара; пучок лучей монохроматического света направляется зеркалом на ту же точку, таким образом,

одна часть лучей здесь претерпевает полное внутреннее отражение, а другая — частичное. Граница между участком полного внутреннего отражения и частичного резко видна в зрительную трубу. Угол между перпендикуляром к пограничной поверхности и крайним лучом, претерпевшим полное внутреннее отражение, называется предельным углом полного внутреннего отражения — i_{lim} (рис. 6). Этот угол связан с показателем преломления испытуемой жидкости (n) и стекла (N) следующей простой формулой:

$$n = N \sin i_{lim}$$

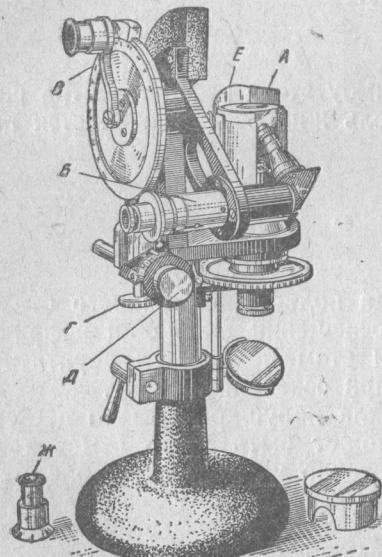


Рис. 5. Кристалл-рефрактометр Аббе-Клейна для измерения светопреломления твердых веществ и жидкостей
A—полушарие из высокопреломляющего стекла;
B—оптическая труба, соединенная неподвижно с лимбом *V*;
D—винт микрометрического движения;
E—осветительное зеркало;
K—наклонный анализатор

Рефрактометр может быть превращен в микроскоп, для этого оптическая труба ставится вертикально, а препарат освещается снизу, нижним зеркалом.

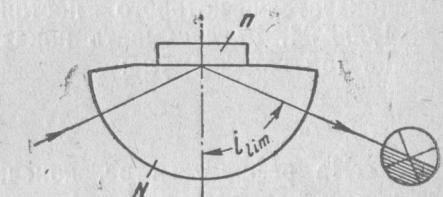


Рис. 6. Схема устройства рефрактометра Аббе-Клейна

Например, для рефрактометра № 848 со стеклом полушария с $N=1,906$ часть такой таблицы имеет следующий вид:

Таблица 3

Отчет по лимбу	Показатель преломления	Поправка на 1 мин.
51° 0'	1,4890	
51° 5'	1,4908	3,6
51° 10'	1,4925	3,4
51° 15'	1,4943	3,6
51° 20'	1,4960	3,6
51° 25'	1,4978	3,4
51° 30'	1,4995	3,4

Если, например, отчет по лимбу этого рефрактометра равен 51°13', то искомый показатель жидкости вычисляется по табл. 3 следующим путем:

$$\begin{array}{rcl} 51^{\circ}10' & & 1,4925 \\ 3' \quad 3,6 \times 3 & = & 10,8 \\ 51^{\circ}13' & & 1,4935 \end{array}$$

В некоторых случаях граница полного внутреннего отражения видна более резко при освещении площадки рефрактометра сверху. Ход лучей при этом получается обратный, измеряется тот же угол, что и при освещении снизу.

Показатель преломления стекла полушара обычно дается на самом рефрактометре, но может быть легко измерен и исследователем. Для этого достаточно установить в поле зрения границу полного внутреннего отражения от воздуха (i_{lim}), показатель которого постоянен и, как известно, равен 1,000294. Рассчитывать показатель стекла полушара следует по той же формуле:

$$N = \frac{1,000294}{\sin i_{lim}}$$

На рефрактометре, конечно, невозможно измерить показатель вещества с светопреломлением большим, чем у стекла полушара.

Источники освещения. Выше было упомянуто, что измерение на рефрактометре с полушаром следует вести при монохроматическом свете, так как при освещении обычным светом в поле зрения трубы вместо четкой границы света и тени появляется радужная полоса, величина которой зависит от дисперсии стекла полушария и дисперсии испытуемой жидкости.

Если работа с набором производится в дальнейшем только в дневном свете, без учета дисперсии испытуемого вещества, измерение следует вести в натровом свете ($\lambda = 5893 \text{ \AA}$) как наиболее легко получаемом и довольно близком к средней длине волны дневного света ($\lambda = 5500 \text{ \AA}$).

Наиболее простым источником монохроматического света является натровая горелка. Для изготовления ее на обычную газовую горелку надевается насадка, при помощи которой пламя становится плоским и широким. К пламени горелки, на проволоке или на специальных щипчиках подводится асбест, пропитанный солями Na (обычно содой), или тот же асбест с наплавленной на него по краю натровой солью. Последнее предпочтительнее, так как получается более ровный свет. Полезно впереди горелки поставить жестяной экран, закрывающий верхние, сильно дрожащие части пламени (рис. 7).

Подобным же образом можно получить красный свет, насытив асбест литиевыми солями ($\lambda = 671 \text{ м\mu}$), или зеленый, пользуясь солями таллия ($\lambda = 585 \text{ м\mu}$). Работать нужно под тягой: пары таллия сильно ядовиты.

Лучшее пламя получается, если брать углекислые соли и смачивать их соляной кислотой.

Значительно более удобна в обращении и дает гораздо более интенсивный свет натровая электрическая лампа (схема устройства ее представлена на рис. 8). Внутри первой полой стеклянной колбы впаяна вторая колба из кварцевого стекла, в которой помещены небольшое количество амальгамы натрия и две спирали накаливания. При включении лампы ток первоначально пропускается последовательно через обе спирали, которые при этом накаливаются как спирали обычной лампы; через 30—40 сек., а лучше через несколько минут, когда лампа достаточно нагреется, цепь размыкается, и между спиралью (см. схему) возникает дуга, сначала в парах ртути — красно-фиолетовое свечение, которое скоро переходит в яркожелтое свечение паров натрия. Свет небольшой натровой лампы настолько ярок, что в небольшой комнате при нем свободно читается мелкая печать. Включать лампочку следует только через реостат. Перегоревшую лампочку не следует выбрасывать, не убедившись в том, что весь натрий окислился, во избежание пожара из-за самовозгорания натрия. Выпускаются специальные патроны и выключатели к натровым лампочкам, при пользовании которыми ошибка включения исключена.

Существуют подобные же кадмиеевые, таллиевые и цинковые спектральные лампы. Для получения монохроматического света можно использовать и гейслеровы трубы

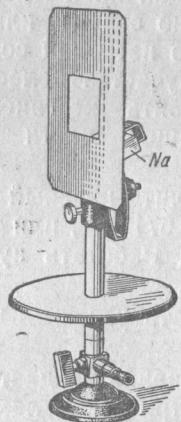


Рис. 7. Натровая горелка

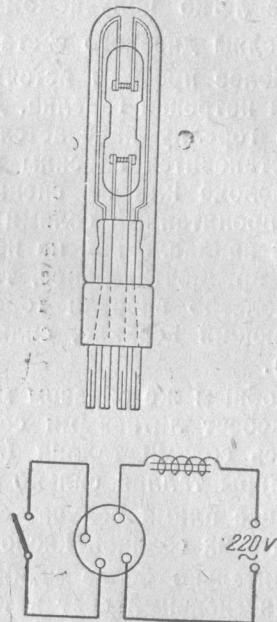


Рис. 8. Схема устройства натровой лампы

Для получения монохроматического света любой длины волн служат специальные приборы, называемые монохроматорами. Они построены по принципу призменных спектрофографов. Белый свет от обычных источников интенсивного света (вольтова дуга, точечная или кионлампа) системой линз направляется на щель спектроскопа и на преломляющую призму, разлагающую его на спектр. Этот спектр падает на вторую щель, которая пропускает из него только узкий, почти монохроматический пучок. Преломляющая призма составляет главную часть монохроматора, так как от ее дисперсии зависит длина спектра, а следовательно, и монохроматичность получаемого света. Несколько поворачивая призму, во вторую щель можно направить любую часть спектра и таким образом получить свет любой длины волны. Раздвигая и сужая щели можно изменять степень монохроматичности, увеличение ее идет за счет яркости. Существует несколько

типов монохроматоров, основная же их идея остается во всех случаях неизменной. Лучшие монохроматоры дают достаточно интенсивный свет с монохроматичностью до $+5 \text{ м} \mu$.

Свет небольшой монохроматичности, достаточной для повседневной работы иммерсионным методом (но не для проверки жидкостей), можно получить при помощи светофильтров. Для этого может быть использована предложенная Меланхолиным «пластина-монохроматор», представляющая собой набор целлулоидных светофильтров, помещенный в металлическую оправу, позволяющую при работе вдвигать светофильтры в прорезь для компенсаторов в нижней части туза микроскопа.

Рефрактометр Аббе. Рефрактометр Аббе (для дневного света) имеется во многих лабораториях (преимущественно химических). Особенность его заключается в возможности непосредственного получения на шкале прибора отсчета светопреломления испытуемой жидкости (рис. 9). Испытуемая жидкость помещается между двумя высокопреломляющими призмами — нижней, матовой и верхней, полированной. Нижняя призма придает лучам более прямолинейный ход и рассеивает их; явление же преломления, служащее для измерения светопреломления, происходит на границе жидкости и верхней призмы. Луч, проходящий параллельно призме, не войдет в нее, всякий другой луч, отклоняющийся на ничтожную величину от этого направления, может войти в призму (среда с большим показателем преломления), где он претерпит преломление и отклонится к перпендикуляру на угол r , причем этот угол будет тем меньше, чем больше разница в показателях преломления стекла призмы и испытуемой жидкости. Повторное преломление этот луч испытывает на верхней границе призмы, при выходе его в воздух; здесь все величины известны и общее отклонение может быть легко вычислено (рис. 10).

Пусть луч B на ничтожную величину отклоняется от луча A , идущего параллельно гипотенузе призмы, тогда

$$n = N \cdot \sin r,$$

$$\sin r_1 = N \sin i,$$

но

$$i = r - \beta.$$

Так как при этом все величины для данного прибора постоянны и меняется только показатель преломления испытуемой жидкости (n), то угол r_1 его полностью определяет. Вследствие того, что наблюдение производится в скользящих лучах, одна половина поля зрения будет совершенно темной.

Поворот призмы относительно тубуса осуществляется винтом *A* (см. рис. 9).

В поле зрения трубы рефрактометра при дневном свете получается радужная граница между темной и светлой частями поля зрения. Эта граница ахроматизируется вращением одной из двух призм прямого зрения, помещенных в го-

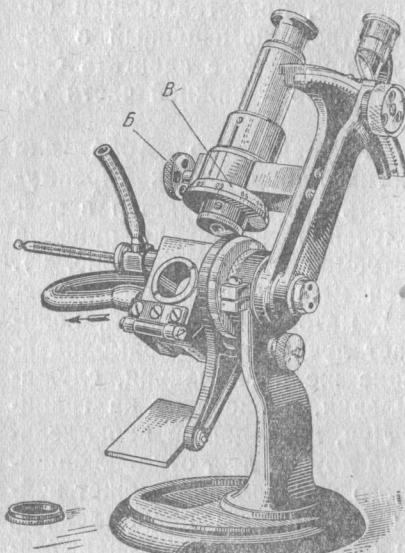


Рис. 9. Рефрактометр Аббе для работы при дневном свете

A—винт для поворота призмы и шкала показателей преломления; *B*—винт для поворота ахроматизирующих призм; *В*—шестигранник ахроматизирующих призм

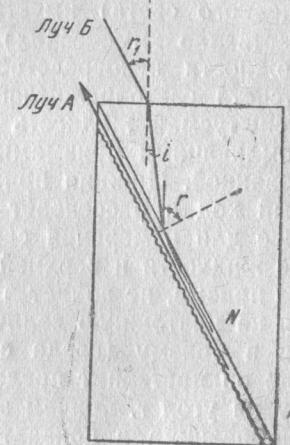


Рис. 10. Схема устройства рефрактометра Аббе

ловке тубуса; для вращения призмы предназначается винт *B*, который виден на рис. 9, справа. Винтом *A* слева ахроматизированная граница приводится в центр поля зрения (на крест нитей). Отсчет читается по шкале, специально составленной для света натрия.

На рефрактометре Аббе могут измеряться показатели жидкостей со светопреломлением не более 1,74. Если на этом рефрактометре нужно измерить светопреломление жидкости для разных длин волн, его освещают монохроматическим светом, исключают ахроматизирующие призмы, поставив их на 30° (отсчет берется по шкале *B*), и вводят поправку к шкале показателей преломления. Эта поправка постоянна

для каждого цвета и может быть получена определением дисперсии светопреломления призмы рефрактометра (по воздуху или стандартной пластинке с известной дисперсией).

6. Измерение показателей преломления сплавов и высокопреломляющих жидкостей методом призмы

Измерение высоких показателей возможно производить, пользуясь методом призмы. Луч света, проходя через призму, испытывает отклонение от своего пути. Если призму вращать, это отклонение делается постепенно меньше, доходит до минимума, а затем снова увеличивается (рис. 11). Угол

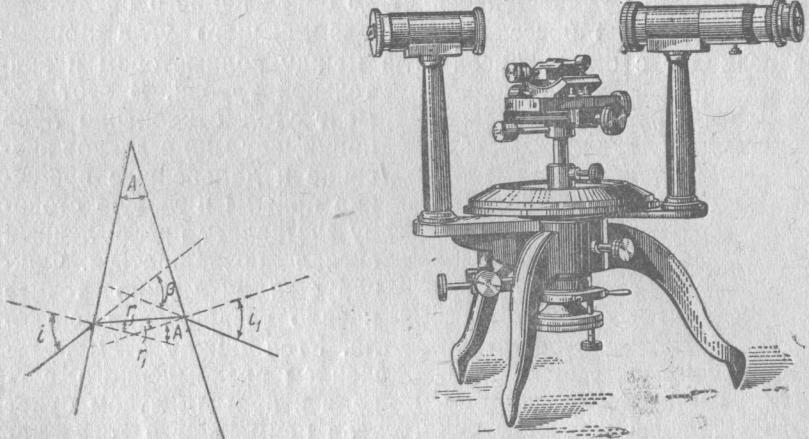


Рис. 11. Схема определения светопреломления по методу призмы

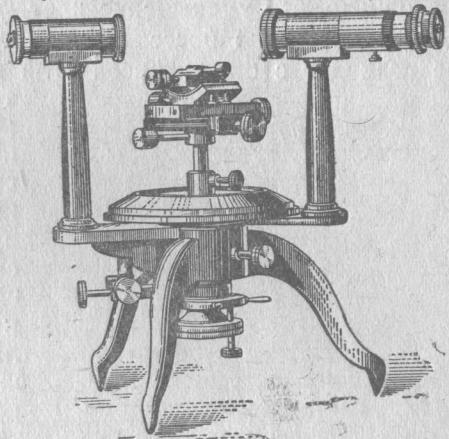


Рис. 12. Однокружный гониометр для определения светопреломления по методу призмы

наименьшего отклонения луча (β) связан с показателем преломления вещества призмы (N) и углом ее (A) следующей формулой:

$$N = \frac{\sin \frac{A + \beta}{2}}{\sin \frac{A}{2}}$$

Измерение производится на однокружном отражательном гониометре (рис. 12).

Преломляющий угол призмы (A) измеряется обычным методом. Вращением призмы добиваются, чтобы сигнал, даваемый колиматором, отразился последовательно от каждой

грани призмы точно на крест нитей неподвижно закрепленной зрительной трубы. Разность отсчета положений отражения даст угол, дополнительный к искомому углу.

Для определения угла наименьшего отклонения (β) следует отпустить стопор зрительной трубы и, вращая призму, поймать в поле зрения преломленный сигнал (от отраженного сигнала он отличается своей радужной окраской). Затем вращают призму и зрительной трубой следуют за сигналом, увеличивая угол между колиматором и зрительной трубой. Угол отклонения преломленного луча (угол между преломленным и прямым лучами) при этом резко уменьшается, однако, это уменьшение идет до определенного предела — до тех пор, пока биссектриса преломляющего угла призмы не совпадет с биссектрисой угла между колиматором и зрительной трубой. В этот момент угол отклонения луча принимает минимальное значение и дальнейшее вращение призмы в любую сторону заставляет преломленный сигнал возвращаться. Фиксируется возможно точнее начало возвращения сигнала. Угол между этим положением преломленного сигнала и прямым лучом будет угол наименьшего отклонения (β). Следует указать, что этот угол должен устанавливаться в монохроматическом свете; в белом свете радужная окраска и размытость сигнала не позволяют сделать точную установку.



Рис. 13. Призма для определения светопреломления высокопреломляющих жидкостей, с приспособлением для поддержания постоянной температуры
а—камера для циркуляции воды при 20° Ц;
б—призма для испытуемой жидкости

жидкостей изготавливается специальная полая призма с медным основанием, к которому бакелитом (жидким стеклом) приклеиваются стеклянные стенки. Вид и размеры этой призмы показаны на рис. 13. Призма промывается смесью спирта и эфира и вытирается фильтровальной бумагой.

Измерение показателей преломления при помощи полой призмы точнее, чем на рефрактометре, но значительно кропотливее. Для проверки показателей жидкостей всего набора

этот способ применять следует только при отсутствии рефрактометра.

Определение светопреломления сплавов также производится методом призмы. Весьма удобными в нашей практике оказались призмы с вплавленным в них исследуемым материалом. Изготовление их следующее: порошок сплава смешивается с испытуемым веществом и расплавляется на предметном стекле. После расплавления сплав он отформовывается вторым предметным стеклом в виде небольшой призмочки и охлаждается (рис. 14). Получающаяся призма имеет небольшой преломляющий угол и обычно достаточно ровные

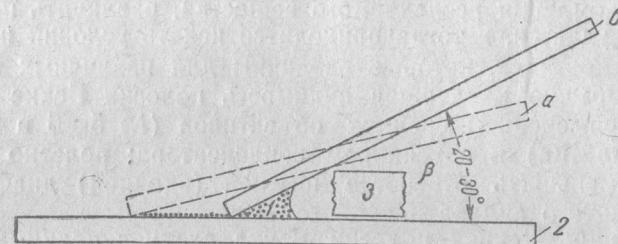


Рис. 14. Изготовление призмы из сплава

Порошок сплава и испытуемого вещества, (1) насыпается на покровное стекло (2) и прижимается другим покровным стеклом сошлифованным передним краем. Второе стекло сначала ставится в положение а, а затем, после расплавления сплава, передвигается, при сильном нажиме книзу, в положение б. Не ослабляя нажима, сплав охлаждается. Для сохранения угла β между верхним и нижним предметными стеклами помещается обломок толстого стекла (3)

грани. В ней, по предыдущему, легко измеряется показатель преломления сплава и одновременно удается сравнить показатель сплава и исследуемого вещества; в тонкой части этой призмы полоска Бекке наблюдается достаточно четко.

Приготовленные призмы следует хранить до окончания работы, так как всегда может возникнуть необходимость просмотреть их повторно.

III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ПРЕЛОМЛЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫХ ЗЕРЕН

1. Определение показателей преломления изотропных веществ

При наличии хорошо проверенного набора иммерсионных сред определение показателей преломления не представляет особого труда. Разберем простейший случай, когда испытуемого вещества много и оно изотропно.

Наиболее удобно работать с зернами вещества размером до 0,03—0,05 мм в поперечнике. Порции такого порошка раскладываются на предметные стекла и прикрываются покров-

ным стеклом (лучше брать четвертую часть обычного покровного стекла, размером 18×18 мм). Затем, наблюдая под микроскопом полоску Бекке, подбираются жидкости, причем для каждой жидкости используется новый препарат. Не следует ограничиваться одним зерном, для большей уверенности рекомендуется просматривать полоску Бекке¹ в четырех-пяти зернах.

При большом различии в показателях преломления иммерсионной среды и исследуемого вещества полоска Бекке хорошо различима при всех условиях видимости. Когда же показатели жидкостей подобраны довольно близко к показателю преломления исследуемого вещества, различить полоску почти не удается, и тогда приходится искать условий наилучшей видимости ее, которые различны для различных микроскопов. Обычно наилучшая видимость полоски Бекке достигается применением средних объективов (№ 5—6 в микроскопах Лейтца) и опусканием конденсатора; полезно также сильно уменьшить отверстие нижней (входной) диафрагмы осветительного аппарата.

При наблюдениях полоски Бекке следует поднимать тубус микроскопа только при помощи основного подъемного винта. Пользоваться для этого микрометренным винтом не рекомендуется, так как в ряде систем микроскопов микрометренный винт не имеет упора и при движении в одном направлении двигает тубус в обе стороны.

Когда показатель преломления жидкости близок к светопреломлению вещества, на границе между ними появляются две разноцветные (голубая и желтая) полоски,двигающиеся одна навстречу другой. Причина появления их находится в разной дисперсии исследуемого вещества и иммерсионной жидкости: у последней она много выше, поэтому полного равенства показателей достичь невозможно; равенство может быть достигнуто только для определенной длины волны. На практике в таких случаях следует следить за более яркой полоской или переходить на монохроматический свет.

Показатель преломления вещества можно считать определенным, если установлено, что он является промежуточным между показателями двух соседних жидкостей набора. Разность в показателях этих жидкостей определит точность, с которой проведено измерение.

Пусть, например, непосредственными наблюдениями установлено, что показатель первой жидкости (1,5586) больше

¹ Напомним здесь еще раз правило движения полоски Бекке: при подъеме тубуса микроскопа полоска Бекке движется в сторону вещества с большим показателем преломления.

N минерала, а показатель второй жидкости (1,5551) меньше N минерала. Записываются эти наблюдения так:

1. Жидкость 1,5586 — жидкость больше минерала.

2. Жидкость 1,5551 — жидкость меньше минерала.

По этим данным искомый показатель преломления N определится следующим образом:¹

$$N = \frac{1,5586 + 1,5551}{2} = 1,557 \pm 0,002$$

Четвертый знак в результатах отбрасывается, так как точность работы в данном случае равна $\pm 0,002$ ($\frac{1,5586 - 1,5551}{2} = 0,002$).

Фактически точность работы получается еще меньше (около $\pm 0,003$) вследствие того, что показатели жидкостей за время, прошедшее с момента их измерения, могли измениться. Кроме того, при рядовой работе нет уверенности, что проверка показателей жидкостей и измерение показателей преломления минерала производились при одной и той же температуре.

Если нужно получить большую точность, работу следует вести при том же источнике света, который освещает рефрактометр, а подобранные жидкости сейчас же проверять на рефрактометре. В этих случаях удавалось достичь точность в несколько единиц четвертого, после запятой, знака при условии идеальной свежести минерала, светопреломление которого определялось. Загрязнение испытуемого вещества весьма сильно мешает наблюдению полоски Бекке, что соответственно снижает точность работы.

При большой близости показателей преломления жидкости и минерала и бесцветности минерала, если он изотропен, его трудно найти в жидкости. В таких случаях полезно микроскоп фокусировать на пузырьки воздуха и после этогоглядеться в препарат в поисках дисперсионных цветных каемок; иногда полезно насыпать исследуемое вещество кучкой.

¹ Большинство затруднений при работе иммерсионным методом происходит вследствие путаницы записи результатов наблюдений, поэтому лучше записывать непосредственные результаты наблюдений, а не выводы из них.

Мы ведем запись следующим образом: при приготовлении препарата отмечаем светопреломление используемой жидкости, а общие результаты записываем после наблюдения полоски Бекке по следующей форме:

1. 1,583 — жидкость больше минерала.

2. 1,548 — жидкость меньше минерала.

3. 1,552 — жидкость немного меньше минерала.

4. 1,555 — жидкость немного меньше минерала.

5. 1,558 — жидкость немного больше минерала.

кой и, сфокусировав микроскоп на ней, искать по периферии кучки какое-либо отдельное зерно с отчетливо видной полоской.

2. Определение показателей преломления двупреломляющих веществ

Для двупреломляющих веществ недостаточно определить их общее светопреломление, обычно требуется знать оба показателя у одноосных веществ и все три — у двуосных; если двупреломление вещества больше интервала между показателями преломления двух соседних в наборе жидкостей, то это обычно удается.

Порядок определения показателя преломления у двупреломляющих веществ тот же, что и в случае изотропных веществ, только здесь уже не безразлично направление взятого разреза. Для получения двух крайних показателей преломления (Ng и Np) выбирается разрез, перпендикулярный к Nm (характеризуется наивысшей интерференционной окраской и расходящимся крестом в условиях коноскопического наблюдения)¹. Поворачивая столик микроскопа на 90° , по-переменно Ng и Np совмещают с направлением колебаний поляризатора и наблюдают эффект Бекке. При этом возможны три случая: два, когда оба показателя преломления вещества выше или ниже показателя преломления жидкости, или когда показатель жидкости выше Np и ниже Ng вещества; последний случай наиболее важен, так как дает возможность определить оба эти показателя. Для уверенности следует попытаться получить этот же эффект на каком-либо другом зерне. Запись результатов измерения, расчет точности и вычисление конечных результатов ведутся так же, как и в случае изотропных веществ, но в отдельности для каждого показателя (Ng или Np).

Для определения Nm подбирается другой разрез; наиболее удобным для этого является изотропное сечение кристалла (перпендикулярное к оптической оси). Найденный разрез также проверяется коноскопически. В этом сечении светопреломление во всех направлениях равно Nm (N_3 одноосного кристалла).

Следует указать, что в случае неправильно ориентированного разреза обычно для Ng величины получаются несколько ниже действительных, а для Np — выше. В одноосных кри-

сталлах в любом разрезе можно измерить более или менее точно N_o , тогда как N_e получается почти всегда значительно выше действительного в случае отрицательных кристаллов и ниже в случае положительных. Поэтому мы считаем нецелесообразным при измерении светопреломления минерала в порошке стремиться к точности работы большей чем $\pm 0,003$, так как ошибка за счет неправильного нахождения разрезов будет значительно выше.

3. Определение показателя преломления в одном зерне

Когда нехватает материала для изготовления нескольких препаратов, показатель преломления приходится определять в одном препарате, последовательно отмывая его от предыдущей жидкости. Это необходимо и в тех случаях, когда показатель определяется в зерне, вынутом из шлифа (в шлифе легче найти нужный разрез). Этот случай описан подробно в работе Н. И. Наковника [7]. Только измерением в одном и том же участке зерна можно получить светопреломление неоднородных веществ, таких, как стекло или какой-либо зональный минерал. Во всех приведенных случаях порядок определения примерно один и тот же; некоторые дополнительные замечания должны быть сделаны по работе со шлифом.

При отмывании шлифа последний целиком не разрушают, так как обычно бывает достаточно только четвертой его части. Часть покровного стекла отрезается алмазной иглой, корундом или просто кварцем (разрез должен быть прямым). Затем шлиф нагревается (на спичке или спиртовой лампочке) со стороны предметного стекла до появления первых пузырьков, после чего отрезанная часть покровного стекла вместе с прилегающей частью шлифа может быть отклеена от предметного стекла. При некотором навыке это легко удается. Если шлиф был перегрет, отклеится только покровное стекло, а собственно шлиф останется на предметном стекле, в этом случае дальнейшие операции не меняются, но при отмытке следует следить, чтобы шлиф не отклеился целиком. Отмытка отрезка шлифа от канадского бальзама производится в ксиоле (можно в спирте, но тогда процесс отмытки идет гораздо дольше), налитом в большую бьюксу, на дно которой помещено немного ртути (с ртутного слоя удобно подбирать упавшие на него обломки шлифа). Через 20—30 мин. весь бальзам оказывается растворенным, и препарат переносится с отрезка покровного стекла на чистое предметное стекло; при этом полезно его вытереть фильтровальной бумагой от нерастворившихся частей бальзама;

¹ Проверка на коноскопе в этом случае особенно важна, так как при неодинаковой толщине зерен нельзя быть уверенным в выборе наиболее сильно двупреломляющих разрезов.

обычные горные породы это легко выдерживают. При малых увеличениях микроскопа полученный отмытый шлиф легко разрезать в нужном направлении бритвой или ножом. Полоску Бекке следует наблюдать именно на таком свежем разрезе; на старых изломах шлифа часто остается тонкая пленка нерастворившегося в ксилоле канадского бальзама, которую можно смыть спиртом.

Следующая операция измерения светопреломления будет уже общей как для зерна, вынутого из шлифа, так и для самостоятельного зерна; эта операция представляет собой промывку препарата после работы с одной жидкостью для замены ее другой жидкостью. Для этого покровное стекло обычно сдвигается на край предметного и снимается за выступающий край; при этом вся жидкость вместе с препаратом, обычно, остается на предметном стекле. Промывка препарата ведется ксилолом или спиртом, который капают на препарат и убирают фильтровальной бумагой; одновременно этой же бумагой обломки препарата собираются к центру стекла. После двукратного промывания ксилолом препарат можно прикрывать покровным стеклом, но не тем, которым прикрывался предыдущий препарат, а другим. Покровное стекло предыдущего препарата следует сохранять до тех пор, пока зерно, на котором производились измерения, не будет обнаружено в новом препарате. Убедившись, что ксилол высох, в препарат можно подводить другую жидкость. При такой промывке почти исключена возможность потери нужного зерна. Единственным недостатком описываемого метода является сильное засорение препарата волокнами фильтра, но при достаточной величине испытуемых зерен присутствие их мало ощущимо, а подобная промывка производится значительно быстрее и чище, чем оттягивание жидкости из-под стекла.

4. Время, потребное для определения показателя преломления

В простейшем случае показатель преломления вещества может быть определен с точностью 0,003 в течение 15—20 мин. При работе с одним зерном, на определение двух важнейших показателей при той же точности требуется около одного часа (включая и отмывание шлифа); большее время приходится затрачивать в случае очень плохого качества зерна; когда оно переполнено продуктами разрушения или включениями, полоска Бекке видна с трудом.

При необходимости точного определения показателя преломления лучше пользоваться зерном, отмытым из шлифа, — это выгоднее в смысле времени.

IV. СПЕЦИАЛЬНАЯ АППАРАТУРА И РАЗНОВИДНОСТИ МЕТОДА

Выше указывалось, что точность работы обычным вариантом иммерсионного метода не превышает $\pm 0,003$. Для упрощения определения показателя преломления и повышения точности работы предложен ряд аппаратур и методик, которые, однако, до сих пор не получили широкого применения. Подробное описание их приведено в руководстве Н. Е. Веденеевой [6]. Здесь же описываются только важнейшие из них.

1. Метод двойной вариации

Метод основан на различном изменении показателя преломления жидкости и твердого тела при нагревании и различной их дисперсии. Для жидкости показатель преломления уменьшается на 0,0005—0,0004 при подъеме температуры на 1°C ; для твердых тел изменение показателя преломления соответственно в 10—20 раз меньше. То же и в отношении дисперсии. На рис. 15 изображены кривые дисперсии показателей преломления кварца и близайших к нему по преломлению жидкостей. Нетрудно видеть, что, изменяя длину волн света и температуру, можно добиться совпадения показателей преломления твердого вещества и ряда жидкостей набора и таким образом не только получить какой-либо показатель искомого вещества, но и полную кривую его дисперсии.

Этот метод вызывает дополнительные требования к набору жидкостей. Необходимо знать в нем не только показатель каждой из жидкостей, но также температурный коэффициент $(\frac{\Delta h}{\Delta t})$ и кривую дисперсии. Получение монохроматического света обычно производится при помощи монохроматора или светофильтров. Очень удобны наборы светофильтров,

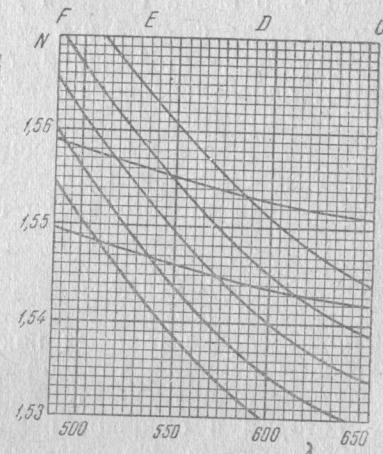


Рис. 15. Соотношения дисперсии твердого тела (кварца) и смежных жидкостей

сконструированные Меланхолиным, которые вставляются в прорезь для гипсовой пластиинки.

Нагревание препарата производится при помощи нагревательного столика, помещаемого на столик микроскопа.

Из аппаратуры, предложенной для измерения светопреломления иммерсионной жидкости непосредственно под микроскопом, особенный интерес представляет микрорефрактометр Н. Е. Веденеевой, изготовленный трестом «Геоприбор». Пользование им исключает необходимость составления кривых дисперсии и температурных поправок для всего набора жидкостей. Этот прибор представляет собой призменный рефрактометр, помещенный в автоматически регулируемый нагревательный столик. Верхняя поверхность полированной призмы рефрактометра служит предметным стеклом для иммерсионного препарата. По достижении равенства показателей преломления жидкости и испытуемого вещества, путем нагревания всей системы, включается линза Бертрана, после чего видна обычная для рефрактометра пограничная линия между светлой и темной частями поля зрения.

Положение этой линии, отсчитываемое по окуляр-микрометру, определяет показатель преломления жидкости с точностью 0,01—0,02.

Для подобной же цели служит микрорефрактометр Линдлея. Точность работы на этом приборе также около одной-двух единиц второго знака после запятой.

2. Теодолитно-иммерсионный метод

Определение главных показателей преломления обычным способом является трудной задачей. Эмmons предложил применить методику двойной вариации к федоровскому столику, на котором в основное положение можно поставить любой нужный разрез. Нагревательным приспособлением и светофильтрами выравнивают показатель преломления жидкости и испытуемого вещества. Дисперсия жидкости и ее показатель преломления определяются вышеописанным путем.

Н. Е. Веденеева и Колотушкин для той же цели предложили приклеивать зерно исследуемого вещества к врачающейся игле, помещенной в резервуар с жидкостью. Вращением иглы устанавливается нужный разрез зерна, показатели в котором определяются или обычным методом или при помощи хроматической вариации. Неудобством этого метода является необходимость иметь большие количества жидкости для наполнения резервуара.

3. Определение показателей преломления жидкостей без рефрактометра

Для определения показателей преломления жидкостей без рефрактометра предложен ряд приборов, которые, однако, не дают большой точности.

Г. Сюено [9] для этой цели предлагает воспользоваться стандартными порошками, дисперсия которых известна. По двум образцам такого порошка методом двойной вариации возможно определить дисперсионную кривую жидкости, по которой уже определяется искомый минерал. Все измерения производятся в одних и тех же препаратах.

Эмmons и Вильямс предлагают использовать сильно двупреломляющий кристалл (например смитсонит); погружая кристалл в жидкость и поворачивая такой препарат на стекле микроскопа, замечают место полного совпадения показателей жидкости и кристалла [9 стр. 43].

Полезно кристалл прикрепить в прорезь предметного стекла, как показано на рис. 16, а затем налить туда испытуемую жидкость и прикрыть покровным стеклом. Угол поворота кристалла от оптической оси до момента совпадения показателей полностью определяет показатель жидкости. Этот угол отсчитывается на составленной ранее диаграмме. Данного способа следует рекомендовать в лабораториях, не имеющих рефрактометра, особенно в тех случаях, когда не требуется большая точность определений.

Возможно измерение показателя преломления и при помощи высокопреломляющего сегмента, поставленного на федоровский столик вместо верхней или нижней полусферы [4]. Однако точность при этом также не превышает 0,02.

V. ПРИМЕНЕНИЕ ИММЕРСИИ

Определение показателей преломления является единственным методом, позволяющим в ряде случаев определить тот или другой минерал.

Зная показатель преломления минерала (и точность его измерения), можно определить, к какой небольшой группе близких по этому признаку минералов он относится. Из этой

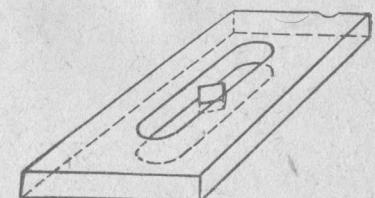


Рис. 16. Смитсонитовый рефрактометр

группы минералов искомый минерал может быть определен посредством других, характерных для него свойств: твердости, цвета, двупреломления и др.

Большое значение иммерсионный метод имеет также для определения веществ с непостоянным химическим составом, так как показатель преломления вещества может быть измерен на любом маленьком обломке, а колебания показателей преломления почти всегда отвечают колебаниям химического состава вещества. Таким путем мы можем судить например, о зональности того или иного прозрачного минерала, что невозможно определить химическим анализом.

ИММЕРСИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УДЕЛЬНОГО ВЕСА

I. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Если удельные веса жидкости и погруженного в нее минерального зерна разные, то зерно либо всплывает либо погружается.

Удельный вес минерального зерна можно определить с довольно большой точностью, наблюдая, всплывает или погружается оно в жидкостях с разным удельным весом. Падения минеральных зерен в жидкости можно видеть простым глазом в кюветах, но значительно удобнее вести такое наблюдение под микроскопом.

Преимущество микроскопического определения удельного веса перед всеми другими методами заключается в следующем:

- 1) может быть определен удельный вес очень маленького зерна, до 0,02—0,03 мм в поперечнике;
- 2) может быть определен удельный вес зерна, извлеченного из петрографического шлифа;
- 3) не требуется выделение испытуемого зерна из смеси;
- 4) определение производится в течение 20—30 мин. и не требует специального оборудования;
- 5) легче выбрать зерно, лишенное включений и зональных оболочек;
- 6) зерно сохраняется и может быть использовано для дальнейшего изучения.

Методика микроскопического определения удельного веса пока может быть применена только для минералов с удельным весом ниже 4,27, т. е. меньше удельного веса наиболее тяжелой жидкости — жидкости Клеричи. Для работы с более тяжелыми веществами используют тяжелые сплавы

и нагревательные приспособления, которые усложняют работу и, в ряде случаев, сводят на нет все преимущества иммерсионного метода. Тем не менее последний может применяться довольно широко, так как более 70% всех известных минералов по удельному весу не превышают удельного веса жидкости Клеричи. На рис. 17 показано распределение по удель-

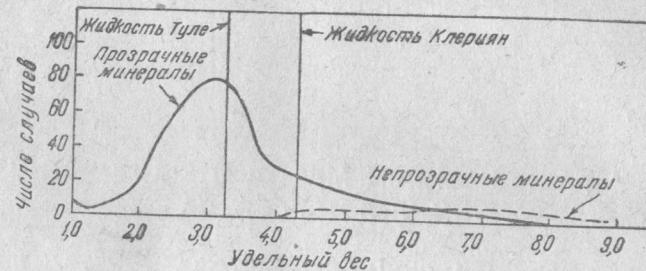


Рис. 17. Распределение минералов по удельному весу

ному весу 1806 минералов, (1614 прозрачных и 192 непрозрачных), для которых у Дана приведен удельный вес. Из прозрачных минералов удельным весом ниже жидкости Тулे (3, 19) обладают 817 минералов (50,6%); ниже жидкости Клеричи (4,25) 1284 минерала (79,6%). Несколько хуже дело обстоит с непрозрачными минералами из которых, только 5 минералов всплывают в наиболее концентрированной жидкости Клеричи.

II. ПРОИЗВОДСТВО ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Определение удельного веса минеральных зерен сводится к установлению, всплывает или погружается зерно в тяжелой жидкости. Для этого заранее изготавливается набор тяжелых жидкостей, совершенно подобный набору для определения светопреломления. Интервал между отдельными жидкостями в наборе должен быть в 0,02—0,03 единицы удельного веса. Определение удельного веса жидкостей должно быть проведено с точностью $\pm 0,01$.

Порошок, содержащий зерна испытуемого минерала, помещается на предметное стекло, в каплю жидкости, прикрывается покровным стеклом и изучается под микроскопом, находящимся в согнутом положении (тубус микроскопа стоит горизонтально, а столик и препарат, лежащий на столике, — вертикально). Освещение поля зрения ведется сбоку при помощи зеркала или, отведя зеркало в сторону, непосредствен-

но осветителем. Вертикальное положение столика, а следовательно, и препарата позволяет, поворачивая последний, наблюдать всплытие или падение зерен (следует учесть, что почти все микроскопы дают перевернутые изображения: при падении зерна кажется, что оно движется вверху). В препарате отыскивается зерно, наиболее чистое от примесей и не содержащее пузырьков воздуха (пузырек может приклеиться и на поверхности зерна), и за ним ведется наблюдение: падает оно или всплывает. После этого рекомендуется повернуть столик микроскопа и убедиться, что при этом движение зерна по отношению к горизонту не изменилось. Для уверенности следует наблюдать поведение нескольких зерен (3—4 зерна). Малые скорости падения зерен легко наблюдаются при помощи окулярного микрометра.

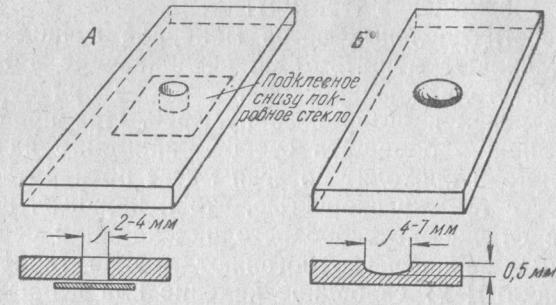


Рис. 18. Внешний вид (А) и поперечное сечение (Б) лунки и камеры

Стенки препарата (покровное и предметное стекла) тормозят движение минеральных зерен, а иногда последние приклеиваются к стеклам или зажимаются между ними и вообще не двигаются. При определении удельного веса иммерсионным методом лучше пользоваться стеклом с лункой, подобной бактериологической лунке, но несколько меньшего размера¹. Можно сделать в предметном стекле такую же камеру, как и в стекле при работе с описанным выше смитсонитовым рефрактометром: на предметном стекле вы сверливаются отверстие диаметром 2—4 мм, которое заклеивается снизу покровным стеклом (клей-бакелит или растворимое стекло) (рис. 18). В эту камеру помещается порошок с испытуемым минералом или испытуемое зерно вместе с иммерсионной жидкостью, затем камера прикрывается сверху

¹ Можно пользоваться и бактериологическим стеклом, но тогда следует брать большое покровное стекло (24 × 24 мм) и иметь большое количество иммерсионной жидкости.

покровным стеклом. Как в случае лунки, так и в случае камеры избыток жидкости тщательно удаляется из-под покровного стекла фильтровальной бумагой. Очень важно избежать наличия в препарате воздушных пузырей и не возможности плотнее прижать покровное стекло к предметному. Полезно края покровного и предметного стекол вне лунки смазать вазелином. Из хорошо приготовленного препарата жидкость не выливается даже при очень быстрых поворотах столика (следует следить, чтобы лапки микроскопа не сдвинули покровного стекла).

Если зерна минерала мелки, лучше пользоваться лункой (при чем можно пользоваться большими увеличениями); в случае крупных зерен (0,2—0,4 мм) лунка неудобна, и тогда пользуются камерой и малыми увеличениями (объектив № 1—3 микроскопов Лейтца).

При близости удельных весов минерала и жидкости наблюдению начинают мешать токи, возникающие в жидкости при вращении столика микроскопа, а также при передвижении крупных зерен и воздушных пузырей. При производстве наблюдений нужно обращать особое внимание на следующее: 1) если токи проходят по всей массе препарата, мелкие зерна плывут с той же скоростью, что и крупные, или даже скорее их, в случае же свободного падения или всплыивания зерен, крупные зерна легко обгоняют мелкие (конечно, при их однородности); 2) свободное падение или всплывание зерен идет строго по вертикали (параллельно вертикальной нити микроскопа), тогда как токи, несущие с собой частицы, идут под некоторым углом. Иногда полезно выждать несколько минут, пока движение токов прекратится. Для отличия собственного движения зерен от движения их под действием токов нужен некоторый навык. Однако, как уже было сказано, эти явления наблюдаются только в случае очень мелких зерен и большой близости удельного веса их и жидкости, при различии же последнего на 0,1—0,03 падение и всплывание зерен видны очень четко.

Точность определения удельного веса иммерсионным методом весьма велика. При работе этим методом исключены ошибки, возникающие от попадания в испытуемый материал загрязнений и пузырьков воздуха (что является главным источником ошибок при определении удельного веса методом пикнометра), а продвижение зерна в поле зрения микроскопа видно даже при очень малых скоростях. Продвижение зерна в течение минуты на 1—2 деления окулярмикрометра уже удается заметить достаточно четко. Пользуясь объективом № 7 микроскопов Лейтца (цена деления окулярмикро-

метра около 0,003 мм), можно наблюдать движения зерен со скоростью около 0,0001 мм/сек ($0,003 \times 2 : 60$), но иметь дело с такими скоростями очень трудно; лучше работать с меньшими точностями (только $\pm 0,02$), но увереннее наблюдать продвижение минерального зерна в жидкости. При разнице удельных весов минерала и жидкости в 0,01—0,02, скорость передвижения зерен размером 0,01—0,05 мм в поперечнике достигает 0,01—0,02 мм/сек, а для более мелких (0,01—0,005 м) 0,001—0,005 мм/сек.

Скорость передвижения зерен в жидкости колеблется в зависимости от их формы. Игольчатая и пластинчатая формы не являются препятствием для работы этим методом: в препарате с большим количеством зерен исследуемого минерала всегда найдутся такие, которые всплывают или падают острием вперед. На таких зернах и следует вести наблюдение, они движутся даже быстрее, чем изометрические зерна того же поперечника при той же разности удельных весов.

III. ИЗГОТОВЛЕНИЕ НАБОРА ИММЕРСИОННЫХ СРЕД

1. Исходные материалы

Исходными материалами набора иммерсионных жидкостей для определения удельного веса могут служить любые две жидкости, смешивающиеся во всех отношениях и являющиеся достаточно устойчивыми. Так как удельный вес минералов в общем выше удельного веса большинства жидкостей, то наибольший интерес представляют жидкости с наибольшим удельным весом. В настоящее время известны два типа таких жидкостей — углеводородные жидкости и жидкости — растворы солей тяжелых металлов. В табл. 4 приведен список важнейших жидкостей, применяющихся при определении удельного веса и указаны области их применения. Более подробный список этих жидкостей имеется в работе Э. М. Бонштедт [11].

Наиболее удобным для определения удельных весов до 3,4 можно считать набор углеводородных жидкостей, а для удельных весов от 3,4 до 4,25 — жидкость Клеричи разной концентрации. Для веществ с удельными весами до 3,19 можно пользоваться жидкостью Туле различной концентрации, а до 3,4 — жидкостью Дюбуэна. Работать с последними двумя жидкостями менее удобно: они более вязки, чем иодистый метилен, поэтому скорости движения зерен в них несколько меньше. Кроме того, жидкости Туле и Дюбуэна, так же, как, впрочем, и жидкость Клеричи, ядовиты и очень

сильно действуют на кожу, оставляя несмываемые желтые (жидкость Туле) или белые (жидкость Клеричи) пятна. Обе жидкости сильно действуют на металлические части микроскопа.

Таблица 4
Жидкости, употребляемые для определения удельного веса

Наименование	Химический состав	Удельный вес	Светопреломление	Примечание
Бензол	C_6H_6			
Бромоформ . .	$CHBr_3$	2,88	1,59	
Иодистый метилен . .	CH_2I_2	3,34	1,74	Смешиваясь между собой, дают хороший набор легкоподвижных жидкостей
Жидкость Туле . .	$HgJ_2 + KJ + aq$	3,19	1,71	
Жидкость Любуэна . .	$HgJ_2 + NaJ + aq$	3,46 3,41	1,79	Полный набор более легких жидкостей получается разбавлением каждой жидкости той же жидкостью меньшей концентрации. Все жидкости сильно ядовиты
Жидкость Сушини-Рорбаха . .	$HgJ_2 + BaJ_2 + aq$	3,58	1,77	
Жидкость Клеричи . .	$CH_2(COO)_2Tl_2 + HCOOTl$	4,27	1,67	

Бензол, бромоформ и иодистый метилен изготавливаются фабричным путем. Для составления набора жидкостей можно смешивать бромоформ и бензол (для получения жидкостей с удельными весами до 2,88), бромоформ и иодистый метилен (до 3,34) или непосредственно бензол и иодистый метилен. Бензоиодметиленовый набор более дорог, менее устойчив, но так как он состоит из двух жидкостей изменения его более или менее равномерны и его легче проверять измерением светопреломления.

Удельный вес иодистого метиlena можно повысить до 3,55, растворяя в нем иод, и до 3,60—3,65 при насыщении его иодом и иодоформом; повысить удельный вес иодистого метиlena до 3,70 можно растворением в нем иодидов мышьяка и сурьмы и бромистого мышьяка. Нам этими жидкостями пользоваться не приходилось, но, конечно, учитывая, чрезвычайную редкость жидкости Клеричи, они могут представлять большой интерес. Недостатком этих жидкостей является их малая прозрачность.

Жидкости, представляющие собой водные растворы, легко приготовить из исходных материалов. Особенно просто при-

готовление жидкости Туле: на 80 частей воды берется 500 частей иодистого калия и красной иодистой ртути в отношении 1:1,24. Смесь растворяется при нагревании на водяной бане и после охлаждения отфильтровывается от выпавших кристаллов двойной соли. При изготовлении следует опасаться избытка иодистого калия, сильно понижающего удельный вес и показатель жидкости. Разбавление нужно вести тем же раствором, но более низкой концентрации, так как чистая вода разлагает жидкость (выпадает иодистая ртуть); разбавленные растворы жидкости Туле могут быть концентрированы простым выпариванием.

Жидкость Любуэна приготовляется подобно жидкости Туле: в возможно меньшем количестве воды растворяют сперва NaJ (230 г), затем HgJ_2 (420 г). К концу растворения раствора слегка нагревают на водяной бане, затем охлаждают в течение 24 час. и фильтруют. Жидкость Любуэна более вязкая, чем жидкость Туле, поэтому фильтруется медленнее. Кроме того, так как растворимость двойной соли при комнатной температуре значительно ниже, чем при нагревании, после выпаривания на водяной бане и охлаждении жидкости очень легко кристаллизуются, что вызывает необходимость для повторного растворения кристаллов добавлять воду (по капле).

Для приготовления жидкости Рорбаха берется 100 весовых частей BaJ_2 и 130 частей HgJ_2 (так как BaJ_2 легко разлагается, работать нужно очень быстро). Обе соли сначала тщательно перемешивают в сухой колбе, добавляют около 20 частей воды и переносят на заранее нагретую до 150° Ц водяную баню, затем тщательно перемешивают до полного растворения, дают еще немного покипеть и выпаривают. По охлаждении раствора из него выпадает некоторое количество желтой двойной соли и удельный вес жидкости повышается настолько, что в ней плавает топаз. Жидкость отстаивается в течение нескольких дней, а затем сливается.

Все три описанные жидкости имеют очень неприятное свойство: они легко разлагаются водой (в особенности жидкость Рорбаха) и при этом выделяют красную двуиодистую ртуть. Поэтому при приготовлении набора жидкостей следует разбавлять концентрированную жидкость не водой, а той же жидкостью, но меньшей концентрации. При пользовании этими жидкостями испытуемые зерна, если их надо использовать повторно, промывают сначала раствором иодистого калия, а затем водой. Следует также учитывать, что все эти жидкости могут действовать на некоторые не очень устойчивые минералы, разлагая или замещая их катионы на калий,

натрий или барий (в зависимости от жидкости), что влияет на свойство минерала. В этом отношении гораздо удобнее иодметиленовые жидкости. Жидкости — водные растворы разлагаются металлами, органическими веществами и сульфидами.

Жидкость Клеричи приготовлять значительно труднее. По Вассару [11], она готовится следующим образом. Определенное количество Tl_2CO_3 по отдельности растворяют в малоновой и муравьиной кислотах (одну порцию карбоната в 500 г нейтрализуют 111 г малоновой кислоты, растворенной в 1 л бензина, а другую такую же порцию карбоната нейтрализуют 115 г 85-процентной муравьиной кислоты). Полученные растворы смешивают и выпариваются на водяной бане с индикатором; в качестве индикатора могут быть использованы обломочки альмандина или корунда, всплывающие, когда концентрация жидкости достигнет нужной величины. Разложившуюся от долгого употребления жидкость Клеричи восстанавливают, высаживая из нее Tl , или в виде $TlCl$, соляной кислотой, или в виде металла, металлическим цинком из сульфата таллия. Далее синтезируется карбонат таллия, из которого по предыдущему способу изготавливается жидкость Клеричи.

Жидкость Клеричи светло-желтая, хорошо прозрачная, легко разводится водой. Разлагается она сульфидами, органическим веществом и металлами.

Тяжелые сплавы, применяющиеся для разделения минералов для иммерсионного определения удельного веса, нами не применялись. Однако применимость их с этой целью весьма вероятна, но при этом придется воспользоваться нагревательными приспособлениями. Наиболее приемлемы для иммерсии ртутный таллиево-серебряный и таллиево-ртутный нитраты, плавящиеся при температуре около 70°C и дающие прозрачные подвижные жидкости. В табл. 5 даны важнейшие свойства этих сплавов.

Таблица 5
Свойства тяжелых сплавов (по Э. М. Бонштедт)

Наименование сплава	Химический состав	Удельный вес	Температура плавления в °C	Примечание
Ртутный нитрат . . .	$HgNO_3$	4,3	70	Растворимы в воде. Разлагаются сульфидами
Таллиево-серебряный нитрат	$TlAg(NO_3)_2$	4,6—5,0	75	
Таллиево-ртутный нитрат	$TlHg(NO_3)_2$	5,3	76	

2. Определение удельного веса жидкостей

Наиболее удобным способом определения удельного веса жидкостей является метод весов Вефстфала, позволяющий определить удельный вес жидкости с точностью до 0,001. В случае отсутствия весов Вефстфала можно воспользоваться методом гидростатического взвешивания или способом пикнометра. Для работы последними двумя методами требуется довольно много жидкости, поэтому были предложены некоторые косвенные методы, важнейшим из которых является суждение об удельном весе по светопреломлению данной жидкости. При приготовлении набора жидкостей наиболее рационально пользоваться методом весов Вефстфала или пикнометра, а проверку его в процессе работы производить по светопреломлению.

Весы Вефстфала, представленные на рис. 19, состоят из коромысла, поставленного на призму, стоящую на подставке. На одном конце коромысла находится крючок, на который на длинной платиновой проволоке привешивается поплавок (обычно небольшой ртутный термометр), а на другом конце располагается уравновешивающий, последний грузик и индикатор качания. Плечо коромысла, на котором расположен крючок, разделено на десять частей, девять из которых отмечены соответствующими зарубками, а десятая соппадает с острием призмы, на которую привешен крючок с поплавком. К весам прилагается набор рейтеров, обычно из шести штук. Три рейтера — A , A_1 и A_2 (см. рис. 19) — одинаковы, и каждый из них равен весу вытесненной поплавком воды, один рейтер — A_3 — соответствует утроенному весу каждого из предыдущих рейтеров. Рейтеры B и C соответственно дают десятую и сотую веса вытесненной поплавком жидкости.

Перед работой весы устанавливаются в равновесие так, чтобы при привешенном поплавке индекс стоял в нулевом положении. После этого поплавок погружается в исследуемую жидкость, при этом равновесие нарушается, и для его восстановления необходимо нагрузить коромысло с поплавком рейтерами. Каждый из рейтеров A , A_1 , A_2 , помещенный на крючке, соответствует единице удельного веса (A_3 — трем единицам), а на зарубках на коромысле отвечает различному, в зависимости от зарубки, числу десятых. Рейтер B на крючке дает десятые, а на зарубках сотые доли; рейтер C — на крючке дает сотые доли, а на зарубках — тысячные. Рейтеры A_3 и A_2 обычно вешаются только на крючок, а рейтеры A , B и C только на зарубки. После уравновешивания

вания поплавка по рейтерам можно подсчитать удельный вес жидкости с точностью до 0,001. В случае если на зарубку, уже занятую одним рейтером, попадает следующий, то он вешается не на коромысло, а на крючок предыдущего рейтера.

Изготовление жидкостей можно вести непосредственно в стаканчике весов, последовательно добавляя туда большие количества того или иного компонента. Это удобно еще и тем, что стаканчик весов обычно имеет мерные деления. Весы Вефстфала, изготавливавшиеся в 1938—1941 гг. «Техновесом», не вполне удобны, так как размеры их поплавка очень велики.

Метод гидростатического взвешивания по своему принципу очень близок к методу весов Вефстфала. Определение удельного веса этим методом ведется на обычных аналити-

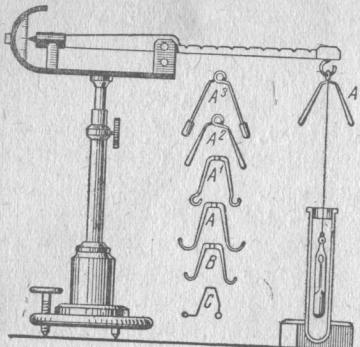


Рис. 19. Весы Вефстфала

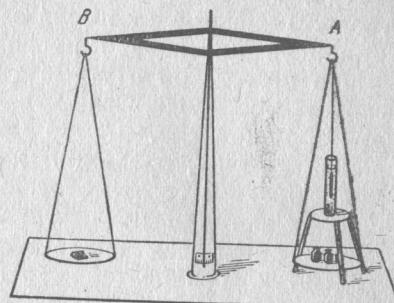


Рис. 20. Схема гидростатического взвешивания

ческих весах; к одной из чашек весов подвешивается на пластииновой проволочке стеклянный поплавок с ртутью или свинцом. Соответствующим грузом этот поплавок уравновешивается, после чего погружается в испытуемую жидкость, напитую в пробирку, установленную на треножнике над чашкой весов (рис. 20). Так как при этом нагруженная чашка весов перетянет, то для равновесия на чашку с поплавком необходимо добавить некоторое количество разновесов, которые, очевидно, будут определять вес испытуемой жидкости в объеме поплавка. Если предварительно такое взвешивание проделано с водой при определенной температуре (установлена константа поплавка; не забыть пересчитать ее на воду при 4°C), то, разделив первую величину на вторую, получим удельный вес жидкости. Константа поплавка устанавливается

повторным взвешиванием и впоследствии уже не определяется. По мнению Э. М. Бонштедт, таким путем может быть достигнута точность 0,0006. Необходимо только следить, чтобы поплавок с проволокой погружался всегда до одного и того же уровня, что можно достигнуть, наливая жидкость в подставляемый сосуд до одной и той же метки. Определение этим методом занимает немногим больше времени, чем определение при помощи весов Вефстфала.

Определение удельного веса при помощи пикнометра также довольно просто: для этого нужно знать вес пикнометра, наполненного испытуемой жидкостью (*a*), вес пустого пикнометра (*b*), вес пикнометра, наполненного водой (*c*). Удельный вес исследуемой жидкости (*D*) вычисляется по формуле

$$D = \frac{a-b}{c-b}$$

Во избежание ввода температурных поправок взвешивание нужно производить при той же температуре, к которой относится удельный вес (20° Ц). К неудобствам этого метода относится невозможность изготовления жидкости непосредственно в пикнометре. Пикнометр может быть заменен мерной колбой. Наиболее удобный размер пикнометра или колбы для получения точности измерения 0,001 — около 25 см³.

Все только что описанные методы требуют много жидкости, и поэтому они мало пригодны для проверки набора жидкостей, находящегося в работе. Если в наборе остаются только доли кубического сантиметра каких-либо жидкостей, непосредственное определение удельного веса их (даже если оно будет произведено) даст очень большую ошибку; в этом случае целесообразно применять косвенные методы, например, метод, предложенный еще в 1911 г. Мервином — определение удельного веса жидкостей по их светопреломлению. Во всех упомянутых жидкостях вместе с понижением удельного веса падает и их светопреломление. Для жидкостей — водных растворов зависимость удельного веса и светопреломления определялась неоднократно. В табл. 6 даются некоторые наиболее известные данные этой зависимости, изображенные графически на рис. 21. Однако данными этой таблицы можно пользоваться только для грубой ориентировки так как это соотношение меняется в значительных пределах в зависимости от состава жидкости; в жидкости Туле такое колебание вызывает различное содержание иодистого калия. Аналогично ведут себя и другие жидкости, поэтому для каждого набора параллельно с определением удельного веса следует определять и светопреломление каждой жидкости, входящей

в этот набор, а затем по этим данным составлять график, подобный графику на рис. 21, но в большем масштабе, и уже при помощи графика проводить последующие проверки жидкостей. При составлении из исходных материалов новых жидкостей надо пересоставить заново и график.

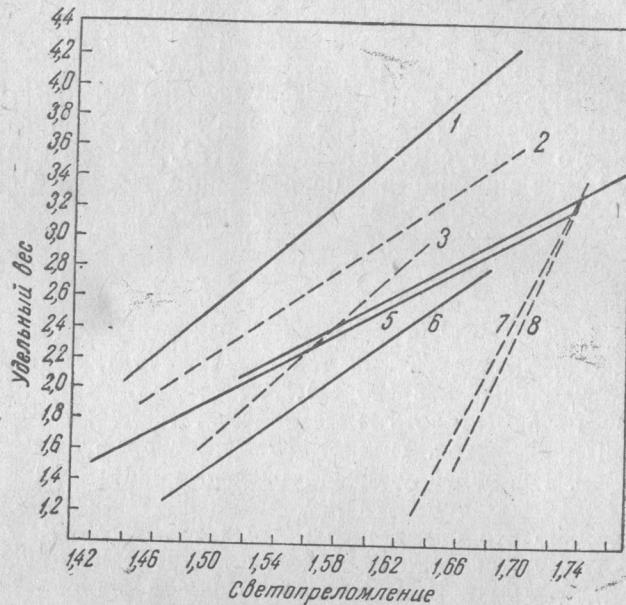


Рис. 21. Соотношение между светопреломлением и удельным весом тяжелых жидкостей

Смеси: 1—жидкость Клеричи—вода (21°C); 2—жидкость Клейна—вода; 3—тетрабромэтан; 8—тетрахлорэтан (20°C); 4—жидкость Рорбаха—вода (20°C); 5—жидкость Туле—вода (18°C); 6—жидкость Туле—глицерин (23°C); 7— α -хлорнафталиниодметилен (20°C); 8— α -бромнафталин—подметилен (20°C)

Это же требование параллельного определения удельного веса и светопреломления с последующим составлением графика и проверкой набора по этому графику относится и к углеводородным жидкостям, так как удельный вес и светопреломление исходных продуктов могут меняться в довольно больших пределах. Кроме того, как показал опыт, знание светопреломления иммерсионной жидкости, в которой ведется определение удельного веса, необходимо и для распознавания в ней испытуемых минеральных зерен.

При измерениях светопреломления жидкостей-растворов следует пользоваться или методом призмы (лучше всего) или рефрактометром с низкопреломляющими стеклами (N не

Таблица 6
Зависимость удельного веса от светопреломления некоторых важнейших тяжелых жидкостей-растворов

Жидкость Туле с водой		Жидкость Туле с глицерином		Жидкость Рорбаха с водой		Жидкость Клеричи с водой	
удельный вес	свето-преломление	удельный вес	свето-преломление	удельный вес	свето-преломление	удельный вес	свето-преломление
3,2	1,7333	2,816	1,680	3,449	1,7686	4,076	1,6761
3,1	1,7145	2,590	1,648	3,396	1,7590	3,695	1,6296
3,0	1,6956	2,527	1,641	3,246	1,7312	3,580	1,6154
2,9	1,6768	2,425	1,627	3,180	1,7195	3,434	1,5990
2,8	1,6582	2,278	1,607	3,046	1,6944	3,280	1,5815
2,7	1,6395	2,112	1,586	2,980	1,6823	3,184	1,5693
2,6	1,6207	1,974	1,563	2,748	1,6391	3,114	1,5620
2,5	1,6020	1,829	1,542	2,649	1,6207	3,024	1,5515
2,4	1,5832	1,743	1,532	2,648	1,6205	2,884	1,5363
2,3	1,5645	1,618	1,511	2,367	1,5685	2,692	1,5156
2,2	1,5457	1,456	1,491	2,163	1,5320		
2,1	1,5270	1,267	1,467	2,067	1,5148		
2,0	1,5090						
1,9	1,4910						
1,8	1,4731						
1,7	1,4551						
1,6	1,4370						
1,5	1,4186						

выше 1,8), так как высокопреломляющие свинцовые стекла химически неустойчивы и очень сильно разъедаются этими жидкостями.

IV. ПЕРСПЕКТИВЫ МЕТОДА ИММЕРСИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ УДЕЛЬНОГО ВЕСА

Иммерсионное определение удельного веса пока только входит в практику петрографических лабораторий. Несомненно, что этим методом значительно расширяются возможности определения удельных весов. Сейчас это измерение в общем не труднее, чем определение светопреломления, так же как и последнее может быть произведено на одном очень малом по размеру зерне. Значение удельного веса как диагностического признака в настоящее время недооценивается. Происходит это потому, что до сих пор мы не имеем достаточно широкого справочника, подобного справочнику показателей преломления минералов. Очень перспективно также использование удельного веса при диагностике минералов, используя изоморфными смесями; особенное значение это

будет иметь для изотропных веществ, где по оптическим свойствам не всегда удается определить минерал.

Применимость иммерсионного метода ограничена отсутствием тяжелых жидкостей. Применение в качестве иммерсионных сред тяжелых сплавов не может считаться массовым; их сможет применять только искусный экспериментатор. В процессе дальнейших работ в области тяжелых иммерсионных сред возможны новые удачные находки подобные открытию весьма удобной иодметиленовой фосфорно-серной высокопреломляющей жидкости.

ЛИТЕРАТУРА

1. Белянкин Д. С. Кристаллооптика. Изд. Кубич, Л., 2-е изд 1931. Книга знакомит не только с иммерсионным методом, но и с кристаллооптикой.
2. Лодочников В. Н. Основы микроскопических методов исследования кристаллического вещества. ОНТИ, 1947. Книга распространена в качестве руководства. Хорошо разобрана иммерсионная методика.
3. Ларсен Е. и Берман Г. Определение прозрачных минералов под микроскопом. ОНТИ 1937. Основное руководство для работы иммерсионным методом. Особенности таблицы для определения минералов по показателям преломления.
4. Ринне Ф. и Берек М. Оптические исследования при помощи поляризационного микроскопа. ОНТИ, 1937. Книга необходима в качестве руководства при детальном микропировании. Предназначается для специалистов, хорошо знакомых с кристаллооптикой и микроскопом.
5. Веденеева Н. Лабораторное руководство к иммерсионному методу. Тр. ВИМС, 1937.
6. Веденеева Н. Иммерсионный метод измерения показателей преломления под микроскопом. Геолразведиздат, 1938. Очень хорошие руководства, в которых дается описание аппаратуры, применяемой при иммерсионном методе.
7. Наковник Н. И. Практика иммерсионного метода. Горгео-нефтьиздат, 1934. Книга посвящена определению показателя преломления в прозрачных шлифах.
8. К методике кристаллооптических и петрографических исследований. Тр. ИМП, ОНТИ, 1934.
9. К практике иммерсионного метода. ОНТИ, 1936. Оба сборника, выпущенные под редакцией Н. Веденеевой, содержат ряд весьма ценных статей. Необходимое пособие для лиц, специализирующихся на иммерсии.
10. Петров В. П. Определение удельного веса минеральных зерен в микроскопических препаратах. Сборник посвященный Д. С. Белянкину в честь 70-летия. АН СССР, 1946, стр. 642—645. Основное руководство для определения удельного веса под микроскопом.
11. Бонштедт Э. М. Определение удельного веса минералов в тяжелых жидкостях. АН СССР, 1939, стр. 1—59. Обширная сводка по приготовлению и использованию тяжелых жидкостей. Богатая библиография и много практических советов.

ОПЕЧАТКИ

Стр.	Строка	Напечатано	Следует читать
24	7 снизу	(жидким стеклом)	(или жидким стеклом)
26	17 сверху	конденсатора	конденсора
28	8 снизу	N_3	N_0

Петров В. П.