

Metode za določanje kemičnih in fizikalnih lastnosti vrst kristalnega stekla

1. Kemične analize

1.1. BaO in PbO

1.1.1. Določitev kombinacije BaO + PbO

Odtehtajte 0,5 grama stekla v prahu z natančnostjo $\pm 0,0001$ grama in ga dajte v platinast lonček. Ovlažite z vodo in dodajte 10 mililitrov 15-odstotne raztopine žveplene kisline in 10 mililitrov fluorovodikove kisline. Segrevajte v peščeni kopeli, dokler ne začne izhajati bel dim. Pustite, da se ohladi in še enkrat ponovite postopek z 10 mililitri fluorovodikove kisline. Segrevajte, dokler se spet ne pojavi bel dim. Pustite, da se ohladi, nato splaknite robove posode z vodo. Segrevajte, dokler se spet ne pojavi bel dim. Pustite, da se ohladi, previdno dodajte 10 mililitrov vode, nato prelijte v 400-mililitrsko čašo. Posodo večkrat splaknite z 10-odstotno žvepleno raztopino in z isto raztopino razredčite mešanico na 100 mililitrov. Vre naj 2 – 3 minute. Pustite stati čez noč.

Odcedite skozi filtrirni lonček stopnje poroznosti 4, ostanek v lončku splaknite z 10-odstotno raztopino žveplene kisline, za tem še dva do trikrat z etilnim alkoholom. Eno uro sušite v pečici pri 150°C . Stehtajte $\text{BaSO}_4 + \text{PbSO}_4$.

1.1.2. Določitev BaO

Odtehtajte 0,5 grama stekla v prahu z natančnostjo $\pm 0,0001$ grama in ga dajte v platinast lonček. Ovlažite z vodo in dodajte 10 mililitrov fluorovodikove kisline in 5 mililitrov perklorne kisline. Segrevajte v peščeni kopeli, dokler ne začne izhajati bel dim.

Pustite, da se ohladi in dodajte še 10 mililitrov fluorovodikove kisline. Segrevajte, dokler se spet ne pojavi bel dim. Pustite, da se ohladi, robove posode pa splaknite z destilirano vodo. Spet segrejte, dokler ne izpari skoraj do suhe snovi. Še enkrat dodajte 50 mililitrov 10-odstotne klorovodikove raztopine in za pospešitev raztapljanja počasi segrevajte. Prenesite v 400-mililitrsko čašo in z vodo razredčite na 200 mililitrov. Zavrite, nato skozi raztopino dovajajte vodikov sulfid. Ko se precipitirata svinčevega sulfida spusti na dno posode, prenehajte dovajati vodikov sulfid. Precedite skozi fin filter papir, operite z mrzlo vodo, nasičeno z vodikovim sulfidom.

Filtrat zavrite, nato pa, če je treba, z izparevanjem mešanico zmanjšajte na 300 mililitrov. Vreli mešanici dodajte 10 mililitrov 10-odstotne raztopine žveplene kisline. Odstavite z gorilnika in pustite stati vsaj štiri ure.

Precedite skozi fin filter papir, operite z mrzlo vodo. Precipitat žgite na 1050 °C in stehtajte BaSO₄.

1.2. Določitev ZnO

Po izločitvi BaSO₄ izparevajte filtrate, tako da boste njihovo količino zmanjšali na 200 mililitrov. Nevtralizirajte z amonijakom v prisotnosti indikatorja metil rdečega in dodajte 20 mililitrov N/10 žveplene kisline. Uravnajte pH vrednost na 2 (pH meter) z dodajanjem N/10 žveplene kisline ali poljubno N/10 natrijevega hidroksida in na hladnem sedimentirajte cinkov sulfid ob uvajanju vodikovega sulfida. Precipitat pustite stati štiri ure, potem ga poberite na fin filter papir. Operite z raztopino hladne vode, nasičene z vodikovim sulfidom. Precipitat na filtru raztopite tako, da ga prelijete s 25 mililitri vroče raztopine 10-odstotne klorovodikove kisline. Filter spirajte z vrelo vodo toliko časa, dokler ne boste imeli količine 150 mililitrov. Nevtralizirajte z amonijakom v prisotnosti lakmusovega papirja, potem dodajte 1- 2 grama trdega urotropina, s katerim boste raztopino nevtralizirali na približno pH vrednost 5. Dodajte nekaj kapljic sveže pripravljene 0,5-odstotne vodne raztopine ksilenol oranžnega in titrirajte z N/10 raztopino Complexona III, dokler se roza barva ne spremeni v citronasto rumeno.

1.3. Določitev K₂O

z obarjanjem in tehtanjem kalijevega tetrafenilborata.

Postopek: Po drobljenju in sejanju, 2 gramoma stekla primešamo

2 mililitra koncentrirane HNO₃

15 mililitrov NClO₄

25 mililitrov HF

v platinasti posodi v vodni kopeli, potem še v peščeni kopeli. Potem, ko so se že izločili gosti hlapi perklorove kisline (postopek nadaljujte do osušitve), razredčite z 20 mililitri vroče vode in 2 – 3 koncentrirane HCl.

Prenesite v 200-mililitrsko čašo z merilom, potrebno količino uravnajte z destilirano vodo.

Reagenti: 6-odstotna raztopina natrijevega tetrafenilborata: raztopite 1,5 grama reagenta v 250 mililitrih destilirane vode. Rahle motnosti, ki je ostala se boste znebili z dodanim 1 gramom hidratiziranega aluminijevega oksida. Stresajte pet minut, prefiltrirajte, pazite, da boste prvih 20 mililitrov ponovno prefiltrirali.

Raztopina za spiranje za precipitat: Pripravite malo kalijeve soli s precipitacijo v raztopini s približno 0,1 grama KCl na 50 mililitrov N/10 HCl, v katero ob mešanju dolivajte raztopino tetrafenilborata, dokler se precipitacija ne ustavi. Prefiltrirajte skozi steklen filter. Operite z destilirano vodo. V sušilnici sušite pri sobni temperaturi. Potem dodajte 20 – 30 miligramov te soli v 250 mililitrov destilirane vode. Od časa do časa premešajte. Po tridesetih minutah dodajte 0,5 – 1 gram hidratiziranega aluminijevega oksida. Mešajte nekaj minut. Prefiltrirajte.

Postopek: Vzemite alikvotni del kislinskega pripravka, ki ustreza približno 10 miligramom K_2O . Razredčite na približno 100 mililitrov. Medtem, ko rahlo mešate, počasi dodajajte raztopino reagenta, približno 10 mililitrov na predvidoma 5 miligramov K_2O . Pustite stati največ petnajst minut, potem prefiltrirajte skozi stehtan steklen filter, katerega poroznost naj bo med stopnjama 3 in 4. Operite z raztopino za spiranje. Sušite trideset minut pri $120^{\circ}C$. Pretvorni faktor za K_2O je 0,13143.

1.4. Tolerance

$\pm 0,1$ v absolutni vrednosti za vsako določitev. Če nam analiza da nižjo vrednost (30, 24 ali 10 %) znotraj tolerance, se vzame povprečje vsaj treh analiz. Če je to povprečje večje ali enako 29,95, 23,95 oziroma 9,95, mora biti steklo uvrščeno v vrsto, ki ustreza 30, 24 in 10 %.

2. Fizikalno določevanje

2.1. Gostota

Metoda hidrostatičnega ravnotežja z natančnostjo $\pm 0,01$. Vzorec vsaj 20 gramov stehtamo na zraku in stehtamo potopljenega v destilirano vodo pri $20^{\circ}C$.

2.2. Indeks lomljivosti svetlobe

Indeks merimo na refraktometru z natančnostjo $\pm 0,001$.

2.3. Mikrotrdota

Trdota po Vickersu se meri po standardu

ASTM E 92-65 (popravljen 1965), oziroma

BS 3828:1973: 1973-02-28 Titel E - Specification for crystal glass, oziroma

SIST EN 6507-1:1998 Kovinski materiali – Preskus trdote po Vickersu 1. del: Preskusna metoda (ISO 6507-1:1997).

pri tem se uporabi obremenitev 50 gramov in vzame povprečje petnajstih meritev.