

KRISTALLKLAASI KATEGOORIADE KEEMILISTE JA FÜÜSIKALISTE OMADUSTE MÄÄRAMISMEETODID

1. Keemilised analüüsid

1.1. BaO ja PbO sisalduse määramine

1.1.1. BaO + PbO segu määramine

Platinast nõusse kaalutakse umbes 0,5 grammi (täpsusega 0,0001 grammi) pulbristatud klaasi. Saadud pulbrit niisutatakse veega ja lisatakse 10 milliliitrit 15%-list väävelhappe lahust ja 10 milliliitrit vesinikfluoriidhapet. Saadud segu kuumutatakse liivavannil kuni valge suitsu eraldumiseni ning lastakse jahtuda, misjärel töödeldakse seda uuesti 10 milliliitri vesinikfluoriidhappega ja kuumutatakse jälle kuni valge suitsu eraldumiseni. Saadud segul lastakse jahtuda ja platinast nõu külgi loputatakse veega. Saadud segu kuumutatakse veel kord kuni valge suitsu eraldumiseni. Segul lastakse jahtuda ning lisatakse ettevaatlikult 10 milliliitrit vett, misjärel valatakse segu 400 milliliitrisesse mõõtklaasi. Platinast nõu loputatakse mõned korrad 10%-lise väävelhappe lahusega, mis lisatakse 400-milliliitrisesse mõõtklaasi ja segu lahjendatakse 10%-lise väävelhappe lahusega 100 milliliitriini. Saadud segu keedetakse 2–3 minutit ning jäetakse ööseks seisma. Segu filtreeritakse läbi filtertiigli poorsusega 4. Sadet pestakse esmalt 10%-lise väävelhappe lahusega ja seejärel kaks või kolm korda etüülalkoholiga ning kuivatatakse ahjus tund aega 150 °C juures. Saadud BaSO₄ + PbSO₄ segu kaalutakse.

1.1.2. BaO sisalduse määramine

Platinast nõusse kaalutakse umbes 0,5 grammi (täpsusega 0,0001 grammi) pulbristatud klaasi. Saadud segu niisutatakse veega ja lisatakse 10 milliliitrit vesinikfluoriidhapet ja 5 milliliitrit perkloorhapet. Segu kuumutatakse liivavannil kuni valge suitsu eraldumiseni. Segul lastakse jahtuda ja lisatakse täiendavalt 10 milliliitrit vesinikfluoriidhapet. Kuumutatakse uuesti kuni valge suitsu eraldumiseni. Segul lastakse jahtuda ja platinast nõu külgi loputatakse destilleeritud veega. Seejärel kuumutatakse segu uuesti ja aurutatakse peaaegu kuivaks. Nõusse valatakse uuesti 50 milliliitrit 10%-list vesinikkloriidhappe lahust ja kuumutatakse kergelt lahustumise soodustamiseks. Saadud lahus valatakse 400-milliliitrisesse mõõtklaasi ja lahjendatakse veega 200 milliliitriini. Lahus kuumutatakse keemiseni ja läbi kuuma lahuse juhitakse gaasilist vesiniksulfiidi kuni mõõtklaasi põhja tekib pliiisulfiidi sade. Saadud segu filtreeritakse läbi peene filterpaberi ja sadet pestakse vesiniksulfiidiga küllastatud külma veega. Saadud filtraati keedetakse ja vajadusel aurutatakse 300 milliliitriini. Keevale filtraadile lisatakse 10 milliliitrit 10%-list väävelhappe lahust. Seejärel jäetakse saadud lahus vähemalt neljaks tunniks jahtuma. Saadud segu filtreeritakse läbi peene filterpaberi ning sadet pestakse külma veega. Sadet kaltsineeritakse kuni 1050 °C-ni ja tekkinud BaSO₄ kaalutakse.

1.2. ZnO sisalduse määramine

BaSO₄ eraldamisel tekkinud filtraati aurutatakse 200 milliliitriini. Saadud lahust neutraliseeritakse ammoniaagiga metüülpunase juuresolekul ja lisatakse 20 milliliitrit 0,1N väävelhapet. Lahuse pH reguleeritakse 2-ni (mõõdetakse pH-meetriga) lisades vastavalt vajadusele kas 0,1N väävelhappe või 0,1N naatriumhüdroksiidi lahust. Tsinksulfiidi sadestamiseks juhitakse läbi külma lahuse gaasilist vesiniksulfiidi. Lahus jäetakse sadenema 4 tunniks ja seejärel filtreeritakse läbi peene filterpaberi. Sadet pestakse vesiniksulfiidiga küllastatud külma veega. Sade lahustatakse valades läbi filtri 25 milliliitrit kuuma 10%-list vesinikkloriidhappe lahust. Filtrit pestakse keeva veega kuni saadakse 150 milliliitrit lahust. Saadud lahust neutraliseeritakse ammoniaagiga lakmuspaberi

juuresolekul, misjärel lisatakse 1–2 grammi tahket urotropiini, et puhverdada lahuse pH umbes 5-ni. Lahusele lisatakse mõned tilgad 0,5%-list värskelt valmistatud ksüleenool-oranži vesilahust ja tiitritakse 0,1N kompleksoon III lahusega kuni lahuse roosa värvus muutub sidrunkollaseks.

1.3. K₂O sisalduse määramine (kaaliumtetrafenüülboraadi sadestamise ja kaalumise teel)

Plaatinast nõusse kaalutakse umbes 2 grammi (täpsusega 0,0001 grammi) pulbristatud klaasi. Pulbrile lisatakse 2 milliliitrit kontsentreeritud HNO₃, 15 milliliitrit HClO₄ ja 25 milliliitrit vesinikfluoriidhapet. Saadud segu kuumutatakse liivavannil. Pärast perkloorhappe tiheda suitsu eraldumist (jätkata kuni segu on kuiv) lahustatakse jääk 20 milliliitri kuuma vee ja 2–3 milliliitri kontsentreeritud HCl-ga. Saadud lahus viiakse 200-milliliitrisesse mõõtkolbi ja täidetakse destilleeritud veega märgini. Reagendi ehk 6%-lise naatriumtetrafenüülboraadi lahuse tegemiseks lahustatakse 1,5 grammi reaktiivi 250 milliliitris destilleeritud vees. Allesjäänud kerge hägusus eemaldatakse 1 grammi alumiiniumhüdrosiidi lisamisega. Saadud segu loksutatakse viis minutit ja filtreeritakse, esimesed 20 milliliitrit filtreeritakse uuesti. Sademe pesemislahuse valmistamiseks väike kogus kaaliumisoola sadestamise teel lahusest, mis sisaldab 0,1 g KCl 50 milliliitrit 0,1N HCl lahuses, millesse valatakse pidevalt segades tetrafenüülboraadi lahust kuni sadenemine lakkab. Filtreeritakse läbi geiseriidi (ränituff). Sadet pestakse destilleeritud veega ning kuivatatakse eksikaatoris toatemperatuuril. Seejärel lisatakse 20–30 milligrammi saadud soola 250 milliliitrisse destilleeritud vette. Saadud segu segatakse aeg-ajalt. Pärast 30 minuti möödumist lisatakse 0,5–1 grammi alumiiniumhüdrosiidi. Saadud segu segatakse mõned minutid ja filtreeritakse. Võetakse väike kogus eelnevalt valmistatud happes lahustatud proovi, mis vastab umbes 10 milligrammile K₂O-le ning lahjendatakse see 100 milliliitri. Saadud lahusesse lisatakse aeglaselt reagenti lahust, arvestusega umbes 10 milliliitrit lahust 5 milligrammi eeldatud K₂O kohta, samal ajal õrnalt segades. Saadud segul lastakse seista maksimaalselt 15 minutit, seejärel filtreeritakse läbi eelnevalt kaalutud filtertiigli poorsusega 3 või 4. Sadet pestakse pesemislahusega ning kuivatatakse kolmkümmend minutit 120 °C juures. Koefitsient K₂O koguse arvutamiseks on 0,13143.

1.4. Lubatud vead

Absoluutväärtusena on lubatud viga $\pm 0,1$ iga punktis 1.1-1.3 nimetatud määramise kohta. Kui analüüs annab vea piirides madalama väärtuse kui Lisas 1 kehtestatud piirid (30, 24 või 10%), siis võetakse vähemalt kolme analüüsi keskmine. Kui keskmine on suurem või võrdne 29,95; 23,95 või 9,95, vastab klaas kategooriale 30, 24 või 10%.

2. Füüsikalised määramismeetodid

2.1. Tihedus

Määratakse hüdrostaatiliste kaaludega täpsusega $\pm 0,01$. Proov kaaluga vähemalt 20 grammi kaalutakse õhus ja seejärel sukeldatuna 20 °C juures destilleeritud vees.

2.2. Murdumisnäitaja

Mõõdetakse refraktomeetriga täpsusega $\pm 0,001$.

2.3. Mikrokõvadus

Vickersi kõvadus määratakse vastavalt standardile ASTM E 92-65 (parandus 1965), võttes koguseks 50 grammi. Tulemus arvutatakse 15 mõõtmise keskmisena.