

Stanovenie železa v sklárskom piesku.

JOZEF ZÁLEŠÁK

Železo je v určitej miere prítomné vo všetkých sklárskych surovinách. Zelenkáva farba skla pochádza práve od železa. Vo väčšine obchodných skiel ruší sa farba železa odfarbovacími prostriedkami, ktoré komplementárnou farbou odstraňujú zelený efekt železa. V niektorých druhoch špeciálnych skiel, hlavne v sklách optických, musí byť obsah železa minimálny, alebo musí byť presne známy. Pri výrobe skla sklársky piesok je základnou surovinou, a je to práve sklársky piesok, ktorý zo sklárskych surovín obsahuje prakticky vždy železo. Pre dôležitosť problému presného a rýchleho stanovenia Fe_2O_3 boli vypracované viaceré metódy na určenie železa v sklárskom piesku. Mnohí autori odporúčajú gravimetrické určenie železa vo forme kysličníka. Hoci je presná, predsa však táto metóda je zdĺhavá a musí sa pri nej prihliadať presne na detaily. V snahe získať jednoduchú, presnú a zároveň i rýchlu metódu na určenie železa, zavádza sa v Amerike kolorimetrická metóda O-fenatrolínová, ktorej pracovný postup uverejnil J. J. Diamont v roč. 1949 časopisu *Journal of the American Ceramic Society*.

Postup určenia:

Naváži sa 10 g piesku do Pt misky, pridá sa 25 cm³ H_2SO_4 1 : 1 a približne 50 cm³ HF a dá sa na vodný kúpeľ. Pomieša sa a pridáva sa HF, kým sa všetok piesok nerozpustí. Treba dávať pozor na straty pri zohrievaní, lebo smes prská. Potom sa odparúva voda a HF na vodnom kúpeli, pridá sa po kvapkách HNO_3 na zoxydovanie organických látok a zahrieva sa do unikania pár SO_3 , najlepšie na vzdušnom kúpeli. Vyparuje sa niekoľko minút, ochladí sa, omyjú sa steny nádoby a znova sa odparuje niekoľko minút do unikania pár SO_3 . Pridá sa voda a zahrieva sa, kým sa rozpustí každá srazenina. Roztok sa potom filtruje cez filtračný papier. Filter premývame niekoľko ráz horúcou vodou. Spojené filtráty sa odložia. Filtračný papier sa spáli v Pt kelímku a zbytok tavíme s 1—2 g Na_2CO_3 . Tavenina sa rozpúšťa v H_2SO_4 1 : 5. Filtruje sa cez filtračný papier a premýva niekoľko ráz horúcou vodou. Filtráty sa spoja. Filter sa spáli v Pt kelímku a taví sa krátko s málo $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$. Tavenina sa rozpustí v horúcej vode a pridá sa do spoločných filtrátov.

Filtráty ochladíme v odmernej baňke a doplníme na 250 cm³. Odsopíetujeme 25 cm³ (ak piesok obsahuje viac železa, zoberie sa menší alikvotný podiel), ktoré sú ekvivalentné jednému gramu vzorky. Do 100 cm³ baňky pridáme 10 cm³ 10% kyseliny vínnej (rozpúšťa sa 10 g kyseliny vínnej vo vode a doplní sa na 100 cm³). Pridáme kvapku p-nitrofenolu (rozpustí sa 1 g p-nitrofenolu v

75 cm³ 95% etylalkoholu a doplní sa do 100 cm³ s H₂O). Potom sa pridáva konc. NH₄OH až do zožltnutia roztoku a ihneď na to HCl 1 : 1, kým roztok nie je podľa indikátora práve kyslý, a pridá sa ešte kvapka navyše. Ochladí sa na pracovnú teplotu. Potom sa pridá 2 cm³ 10% NH₂OH · HCl. Konečne pridá sa 10 cm³ 0,1% o-fenantrolínu (rozpuští sa 1 g monohydrátu o-fenantrolínu vo vode a doplní sa na 1 l.), pridá sa voda do 100 cm³ roztoku. Najmenej po desiatich minútach meria sa pomerná priepustnosť vzorku fotometricky pri dĺžke vln 550 nm. Na túto vlnovú dĺžku sú zariadené Colemanove univerzálne spektrofotometre. Ako porovnávaci roztok používa sa roztok destilovanej vody so všetkými reagensiami, ktoré sa počas celého postupu určovania železa použili. (Do dest. H₂O pridávajú sa reagenty v tých istých kvantách, ako sme ich použili v postupe určovania.) Obsah Fe₂O₃ sa vyčíta z kalibračnej krivky. Kalibračnú krivku si vytvoríme pridaním známych množstiev štandardného roztoku železa do 100 cm³ odmernej banky, a pridaním reagentov použitých v priebehu určovania železa. Meriame pomernú priepustnosť, používajúc pritom porovnávaci roztok s reagensiami bez železa. Hodnoty vyznašame do tabuľky, v ktorej na jednu os nanášame percentuálnu priepustnosť a na horizontálnu percento Fe₂O₃.

O SPRÁVNE CHEMICKO-TECHNOLOGICKÉ NÁZVOSLOVIE

Pre *kryštalové sústavy* sa používa pomenovanie slovenské aj medzinárodné: *kocková* čiže *kubická* (nesprávne *krychľová*), *štvorcová* čiže *tetragonálna*, *šesťuholníková* čiže *hexagonálna*, *kosoštvorcová* čiže *rombická*, *jednoklonná* čiže *monoklinická* a *trojklonná* čiže *triklinická*.

Kryštalovou štruktúrou sa rozumie pravidelné usporiadanie hmotných čiastočiek do *priestorovej mriežky*, v ktorej sa opakuje určitá *priestorová vzorka* (tento názov pokladáme za názornejší ako *základný rovnobežnosten* alebo *hranol*). Priestorová mriežka je alebo *jednoduchá*, alebo *centrovaná priestorove* (menej vhodné: *telesne*), *plošne* (menej vhodné: *stenove*) alebo *základove* (bazálne). Môže mať 230 rôznych *súmerností*, ktoré vznikajú kombináciou *prvkov súmernosti*. *Jednoduché prvky súmernosti* sú tieto: *stred súmernosti*, *rovina zrkadlenia* a *dvojskrutná*, *trojskrutná*, *štvorskrutná* a *šestškrutná os* (nesprávne: *os dvojčetná* atď.). *Složené prvky súmernosti* sú tieto: *dvojskrutná*, *trojskrutná*, *štvorskrutná*, a *šestškrutná skrutková os* (nesprávne: *šraubová*), *rovina posunutého zrkadlenia* a *rovina skrúteného zrkadlenia*.

Súmerne sdružené hmotné častice v priestorovej vzorke ležia v *polohe dvojakej*, *štvorakej* a *pod.* (nesprávne: *v dvojčetnej*, *štvorčetnej* a *p.*). V kovoch sú ióny usporiadané najčastejšie podľa prin-