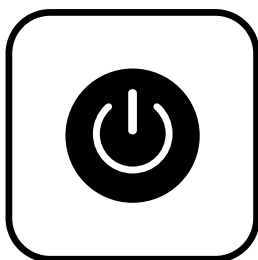


Spektrofotometryczne oznaczanie zawartości montmorillonitu w bentonitach metodą kompleksu Cu(II)-trietylenotetraminy

Aparatura	Szkło i sprzęt laboratoryjny	Odczynniki
- wirówka laboratoryjna DAN LAB MPW-350; - spektrofotometr firmy Hach, typ DR 2500 Odyssey (szerokość pasma $< 4 \text{ nm} \pm 1 \text{ nm}$ dla 456,07 nm; dokładność długości fali: $\pm 1 \text{ nm}$ w zakresie 400–700 nm; rozdzielczość długości fali: 0,5 nm; - myjka ultradźwiękowa; - waga laboratoryjna z dokładnością do 0,001 g.	- cyylinder miarowy 50 ml; - pipeta miarowa 10 ml; 4 × kolba miarowa 50 cm³ z korkiem PP; 4 × zakręcany pojemnik PP dopasowany do gniazda wirówki; - pompka pipetowa 10 ml; - pipety Pesteura PP 2-3 ml; - łyżko-szpatułka metalowa; 2 × kuweta pomiarowa (10 mm szkło optyczne 45×12,5×12,5 mm, pojemność 3,5 ml); - wacik bezpyłowy do przecierania powierzchni kuwety.	- próbka bentonitu lub obiegowej masy formierskiej wiązanej bentonitem; - roztwór Cu(II)-trietylenotetraminy; - woda destylowana.



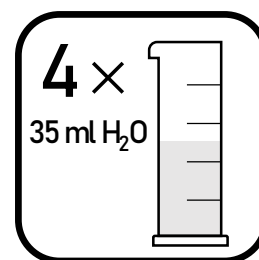
1. Zapoznać się z budową aparatury i akcesoriów do wykonania ćwiczenia.



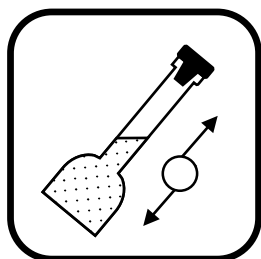
2. Przygotować spektrofotometr do pomiaru.



3. Odważyć na wadze laboratoryjnej w każdej z czterech ponumerowanych kolbek miarowych o pojemności 50 ml po 200 mg próbki bentonitu.



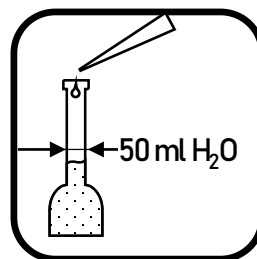
4. Odmierzyć w cylindrze miarowym 35 ml wody destylowanej. Kolejno dodać do każdej kolbki z odważoną porcją bentonitu odmierzoną objętość wody.



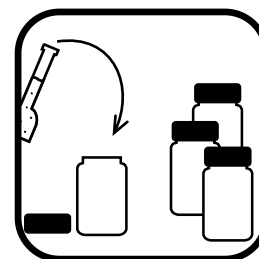
5. Zamknąć szczelnie kolbki, a następnie mieszać energicznie (góra-dół), do momentu oderwania się przylegającego do dna bentonitu.



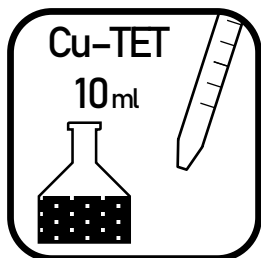
6. Umieścić kolbki w urządzeniu ultradźwiękowym i dyspergować ich zawartość ultradźwiękami przez 5 minut.



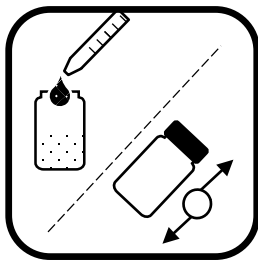
7. Po zdyspergowaniu wyjąć kolbki i dopełnić każdą z nich wodą destylowaną do objętości 50 ml.



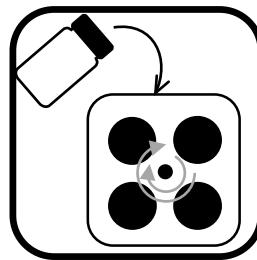
8. Przenieść całą zawartość kolbek do przygotowanych czterech, zakręcanych i ponumerowanych naczyń o pojemności 100 ml.



9. Odmierzyć pipetą miarową 10 ml roztworu Cu(II)-trietylenotetraminy.



10. Do naczyń z przygotowaną suspensją wprowadzić odmierzoną objętość roztworu Cu(II)-trietylenotetraminy, zamknąć szczelnie naczynia i mieszać 3 minuty (ruchem góra-dół).



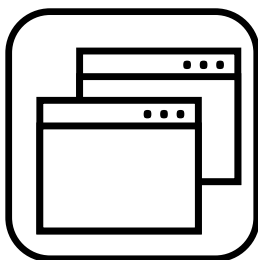
11. Zamknięte szczelnie naczynia umieścić w wirowce laboratoryjnej.



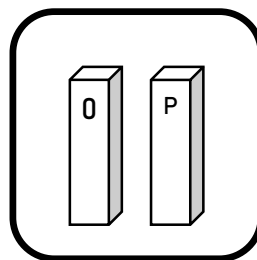
12. Nastawić odpowiedni program wirowania, proces wirowania prowadzić przy obrotach 5000 obr/min przez 12 minut.



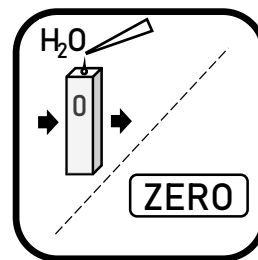
13. Po odwirowaniu wyjąć ostrożnie naczynia (bez wstrząsania nimi).



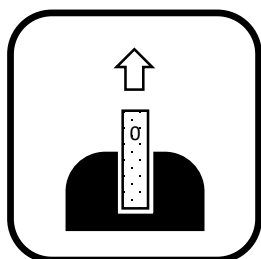
14. Odwirowany składowany roztwór poddać badaniom spektrofotometrycznym, w tym celu najpierw odnaleźć odpowiedni program w spektrofotometrze o zadanych parametrach pomiarowych (długość fali 620 nm).



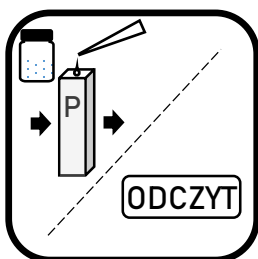
15. Przygotować dwie kuwety pomiarowe (kuvetę 1,0 cm). Jedną oznaczyć „0” – próba zerowa, a drugą „P” – próba badana.



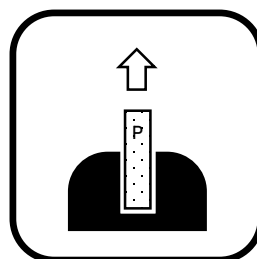
16. Do kuwety „0” wprowadzić wodę destylowaną (próba zerowa), wytrzeć zewnętrzną powierzchnię kuwety, wprowadzić do gniazda pomiarowego, zamknąć pokrywę spektrofotometru i oznaczyć absorbancję oraz transmitancję dla próby zerowej włączając przycisk „zero”.



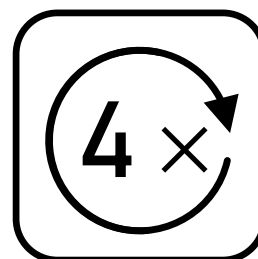
17. Po pomiarze wyjąć kuvetę z próbą zerową.



18. Do kuwety „P” wprowadzić próbę z badanym roztworem (próba badana), wytrzeć zewnętrzną powierzchnię kuwety, wprowadzić do gniazda pomiarowego, zamknąć pokrywę spektrofotometru i oznaczyć absorbancję oraz transmitancję odwirowanego roztworu w spektrofotometrze.



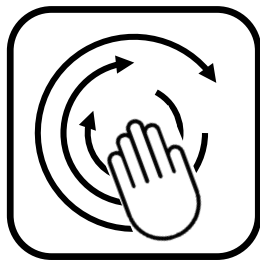
19. Po pomiarze wyjąć próbę badaną.



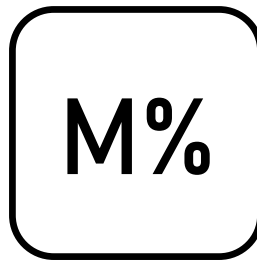
20. Czynności powtórzyć dla wszystkich czterech przygotowanych naczyń z roztworami badanymi – najpierw próba zerowa, a następnie próba badana. Kuvety z próbą badaną płukać kolejnym roztworem badanym, a nie wodą destylowaną.



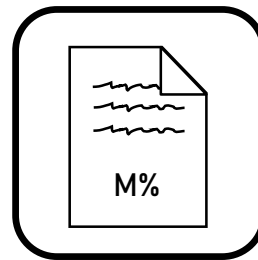
21. Zanotować otrzymane wyniki.



22. Po skończonych pomiarach wyłączyć aparaturę i umyć szkło laboratoryjne. Przepłukać kувety wodą destylowaną i pozostawić do wyschnięcia.



23. Obliczyć zawartość montmorillonitu (M%) względem wzorca.



24. Sporządzić raport według poleceń Prowadzącego.

Obliczenia zawartości montmorillonitu w bentonitach dla metody kompleksu miedzi (II)- trietylenotetraminy

Wyznaczyć zawartość wskaźnika CEC tj. zdolności do wymiany kationowej (ang. *cation exchange capacity*) korzystając ze wzoru:

$$CEC = \frac{Abs_0 - Abs_p}{Abs_0} \times 100$$

gdzie:

Abs_0 – absorbancja roztworu Cu-TET bez próbki bentonitu (próba ślepa);

Abs_p – absorbancja roztworu Cu-TET z udziałem próbki bentonitu.

Zawartość montmorillonitu dla poszczególnych próbek bentonitów obliczać względem wzorca bentonitu o znanej zawartości montmorillonitu i wyznaczonej dla niego wartości wskaźnika CEC (ułożyć proporcję).

Opracowanie merytoryczne:

Beata Grabowska

AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. St. Staszica w Krakowie

Opracowanie graficzne:

Karolina Kaczmarska

AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. St. Staszica w Krakowie

Instrukcja jest dostępna na licencji Uznanie autorstwa - Na tych samych warunkach 4.0. (CC BY-SA 4.0)

