

Zenon KŁAPYTA, Stanisław OLKIEWICZ

INFRARED STUDY OF WATER ADSORBED ON MONTMORILLONITE

Abstract. Montmorillonite separated by sedimentation from Milowice bentonite (Poland) and its organic derivatives prepared by cation exchange with hexadecyltrimethylammonium ions were analysed applying FTIR transmission and DRIFT spectroscopy. As specimens, pressed KBr disks, self-supporting films and neat samples were used. The content of water adsorbed on the silicate was controlled by heating of the samples, evacuation of air in a gas cell, or hydrophobization of the mineral surface with the alkylammonium ions. The results obtained show that the optimum conditions for investigations of water adsorbed on the silicate surface have been assured using the transmission technique, self-supporting films and a gas cell. In contrast, the spectra registered for pressed KBr disks prove that in addition to H₂O molecules bound to the montmorillonite, a certain amount of water is adsorbed by hygroscopic potassium bromide. The OH-stretching bands observed for the hydrated montmorillonite show the complex character. Decomposition of these bands into components was carried out applying a curve-fitting program.

Zenon KŁAPYTA, Stanisław OLKIEWICZ

BADANIA METODĄ SPEKTROSKOPII W PODCZERWIENI WODY ZAADSORBOWANEJ NA MONTMORILLONICIE

Streszczenie. Spektroskopia w podczerwieni jest jedną z najczęściej stosowanych metod badania wody zaadsorbowanej na powierzchni smektytów. Wykorzystuje się w tym celu szereg technik eksperymentalnych oraz różne sposoby otrzymywania analizowanych preparatów. W przedstawionej pracy porównano wyniki uzyskane przy użyciu transmisyjnej i refleksyjnej (DRIFT) spektroskopii FTIR dla montmorillonitu z Miłowic. Próbkę badano w postaci pastylek prasowanych z KBr, błon samonośnych oraz preparatów proszkowych. Zawartość wody kontrolowano przez ogrzewanie w temperaturze 200°C, odpróżnianie w kuwecie gazowej, a także wprowadzając na pozycje wymienne minerału różne ilości hydrofobowych kationów heksadecylotrójmetyloamoniowych.

Otrzymane wyniki wskazują, że najlepsze warunki do badania wody zaadsorbowanej na powierzchni montmorillonitu zapewnia użycie transmisyjnej FTIR i preparatów w formie błon samonośnych oraz wykorzystanie kuwety gazowej. Tak otrzymane widma zawierają tylko pasma absorpcji pochodzące od wody związanej w różny sposób z powierzchnią minerału. Użycie kuwety gazowej pozwala na kontrolowaną desorpcję H₂O. Porównywalne wyniki można uzyskać stosując spektroskopię refleksyjną (DRIFT) i próbki bez rozcieńczania badanego minerału bromkiem potasu. W tych warunkach, stopniową desorpcję wody z powierzchni montmorillonitu uzyskano wprowadzając na pozycje wymienne krzemianu odpowiednią ilość hydrofobowych kationów alkiloamoniowych. Widma otrzymane dla pastylek prasowanych z KBr, pomimo długotrwałego ogrzewania analizowanych preparatów w podwyższonej temperaturze wykazują, że oprócz wody zaadsorbowanej na minerale, znaczna jej ilość jest także wiązana przez higroskopijny KBr.

Pasmo absorpcyjne w zakresie $3000\text{-}3600\text{ cm}^{-1}$, pochodzące od drgań walencyjnych grup OH cząsteczek H_2O jest rozmyte i wykazuje szereg maksimów, których położenie zależy od ilości wody w mineralu. W analizie struktury subtelnej tego pasma pomocny jest jego rozkład na składowe, przy użyciu programu komputerowego Curve Fit z pakietu programów obsługujących WIN IR.