|  |
| --- |
|  |

Zakład Geomorfologii i Geologii Czwartorzędu — PROCEDURA

# Analiza TIC: całkowity węgiel nieorganiczny metodą Scheiblera

## Przygotowanie materiału

* Mokry materiał przechowywać do czasu wykonania analiz w lodówce lub chłodni.
* Ponumerować i opisać ołówkiem lub specjalnym pisakiem porcelanowe tygle.
* Przenieść do tygla określoną ilość osadu: około **10 g** lub do połowy tygla.
* Zważyć tygle wraz z mokrym osadem i zapisać masę w formularzu.
* Zaprogramować suszarkę na temperaturę **105 °C** bez limitu czasowego.
* Wstawić przygotowane próbki i suszyć **24 godziny**.
* Po wystawieniu z suszarki próbki wystudzić do temperatury pokojowej.
* Następnie zważyć parownice z suchym osadem i zapisać masę w formularzu.

## Pomiary zawartości węgla nieorganicznego

### Przygotowanie próbki

* Po wysuszeniu próbek rozetrzeć osad w moździerzu.
* Przesiać osad przez sito o średnicy oczek **100 µm** na przykład na plastikowy talerz lub kartkę papieru.
* Przygotować szkiełko zagarkowe i wytarować wagę laboratoryjną:
  + Włączyć wagę i poczekać na stabilizację.
  + Położyć na szalce wagi szkiełko i wcisnąć przycisk Tare
* Z osadu, który został odsiany (**< 100 µm**), odważyć odpowiednią ilość materiału i zapisać wynik.
* Pozostały na sicie materiał wsypać z powrotem do wcześniej opróżnionego tygielka (zapasowy materiał pomiarowy).
* Odpowiednia ilość oznacza:
  + Osady o stosunkowo małej orientacyjnej zawartości węglanów (**kilka do kilkunastu %**, czyli dla piasków i glin lodowcowych): około **1.0 g**.
  + Osady o stosunkowo dużej orientacyjnej zawartości węglanów (**kilkadziesiąt %**, dla gytii węglanowych, kredy jeziornej, często także dla mułków i iłów): nie więcej niż około **0.2 g**.

### Praca z aparatem

* Opłukać kolbę aparatu Scheiblera zimną wodą z tryskawki, tak aby wlot do kolby pozostał wilgotny.
* Wsypać próbkę ze szkiełka zegarkowego do kolby, starając się, aby osad trafił bezpośrednio na dno kolby, a nie pozostawał na ściankach i wlocie naczynia.
* Nabrać **HCl 10%** do dużej pipety **5 ml** i wlać do zbiorniczka aparatu kwas, po czym zwilżyć gumowy korek i nie rozlewając kwasu w zbiorniczku szczelnie zamknąć wylot kolby.
* Przekręcić kranik zaworu trójdzielnego w prawo, tak aby przepływ powietrza odbywał się pomiędzy otoczeniem a zamkniętym obiegiem zbiorniczków, po czym przekręcić kranik w lewo, tak aby obieg powietrza pozostał zamknięty, czynność powtórzyć kilka razy, aż do wyrównania ciśnienia płynu w zbiorniku pomiarowym i w zbiorniku buforowym (poziom płynu powinien znajdować się na jednakowym poziomie w obu zbiorniczkach).
* Przekręcić kranik zaworu w lewo (zamknięty obieg powietrza pomiędzy zbiornikiem pomiarowym a zbiornikiem z próbką) i tak pozostawić do końca analizy.
* Odczytać i zapisać poziom początkowy płynu w zbiorniku pomiarowym (podziałka wyskalowana jest co 0.2 cm3, tyle wynosi odległość pomiędzy krótkimi kreskami skali).
* W przypadku próbek o dużej orientacyjnej zawartości węglanów należy zbiorniki napełnić maksymalnie, gdyż w czasie analizy takich próbek ilość wydzielającego się CO2, a co za tym idzie zmiany poziomu płynów w zbiornikach są bardzo duże.
* Po przechyleniu kolby z próbką stopniowo wylewać HCl, wstrząsnąć i mieszać kolbą dopóki poziom płynu w zbiorniku pomiarowym zacznie opadać (kilkanaście sekund).
* W efekcie reakcji HCl z osadem w zbiorniku pomiarowym ciśnienie powietrza zostanie powiększone o ciśnienie gazu (CO2), który się wydzielił.
* Następnie należy wyrównać ciśnienia w obu zbiornikach poprzez niewielkie otwarcie kranika zamykającego dopływ ze zbiornika buforowego do zbiornika zapasowego. Po otwarciu zaworu, poziom płynu w zbiorniku buforowym powinien opadać powoli; należy odczekać aż poziomy w zbiornikach buforowym i pomiarowym osiągną zbliżoną wartość wówczas natychmiast zatrzymać spuszczanie płynu buforowego zakręcając kranik łączący zbiornik buforowy ze zbiornikiem pomiarowym.
* Po wyrównaniu ciśnień odczytać wynik końcowy (poziom płynu) w zbiorniku (biurecie) pomiarowym.
* Różnica poziomu początkowego i końcowego świadczy o ilości CO2, który wydzielił się w reakcji, a tym samym zawartości CaCO3 w osadzie.
* Otworzyć kolbę z próbką i odczytać przy pomocy termometru temperaturę w kolbie pomiarowej.
* Zapisać godzinę pomiaru, tak aby wyznaczyć przy pomocy dodatkowych źródeł informacji wartość ciśnienia atmosferycznego w mm Hg w danym czasie:
  + Barometr w laboratorium.
  + W Internecie:
    - Aktualne ciśnienie na kampusie Oliwa wyrażone w hPa
    - <https://klimat.ug.edu.pl/?page_id=3261>
* **Po zakończeniu** analizy kilku próbek, gdy pozostanie w biuretach niewiele płynu, otworzyć kranik oddzielający biuretę buforową i zbiornik zapasowy i trzymając na wysokim poziomie zbiornik zapasowy uzupełnić zapas płynu w obu zbiornikach, aparat należy również pozostawić w takim stanie po zakończeniu analiz. Gdy zbiorniki się napełnią, zamknąć zawór.
* Kolbę wypłukać wodą z kranu a następnie wodą dejonizowaną, najlepiej dopiero po przygotowaniu następnej próbki. Wówczas przy jej zamykaniu wlot będzie jeszcze wilgotny i nie trzeba go będzie ponownie zwilżać.

## Obliczanie koncentracji węgla nieorganicznego

Procentową zawartość CaCO3[[1]](#footnote-29) oblicza się według wzoru:

gdzie:

**CaCO3**: koncentracja węgla nieorganicznego (CaCO3);

**Vt**: różnica objętości pomiędzy poziomem początkowym płynu w biurecie pomiarowej a poziomem końcowym, wyrażona w cm3;

**µ**: masa CaCO3; (mg/cm3), odpowiadająca wydzielającemu się CO2, w danej temperaturze i ciśnieniu (Tab. 1);

**a**: masa próbki (g).

Tab. 1 Masa CaCO3 (µ w mg/cm3) odpowiadająca wydzielającemu się CO2, w danej temperaturze (t)[[2]](#footnote-30) i ciśnieniu[[3]](#footnote-31) (wg. Scheiblera); Myślińska 2001.

| t | 742.0 | 744.5 | 747.0 | 749.0 | 751.0 | 753.5 | 756.0 | 758.0 | 760.0 | 762.5 | 765.0 | 767.0 | 769.0 | 771.0 | 774.0 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 23 | 4.111 | 4.126 | 4.141 | 4.156 | 4.171 | 4.186 | 4.200 | 4.214 | 4.226 | 4.237 | 4.248 | 4.259 | 4.270 | 4.281 | 4.292 |
| 22 | 4.125 | 4.140 | 4.155 | 4.170 | 4.185 | 4.200 | 4.214 | 4.229 | 4.240 | 4.252 | 4.263 | 4.274 | 4.285 | 4.296 | 4.407 |
| 21 | 4.139 | 4.154 | 4.169 | 4.184 | 4.199 | 4.214 | 4.229 | 4.243 | 4.255 | 4.267 | 4.279 | 4.290 | 4.301 | 4.312 | 4.242 |
| 20 | 4.153 | 4.169 | 4.184 | 4.199 | 4.214 | 4.229 | 4.243 | 4.258 | 4.269 | 4.281 | 4.292 | 4.303 | 4.314 | 4.325 | 4.436. |
| 19 | 4.168 | 4.189 | 4.198 | 4.213 | 4.288 | 4.243 | 4.258 | 4.272 | 4.284 | 4.296 | 4.307 | 4.318 | 4.329 | 4.340 | 4.452 |
| 18 | 4.182 | 4.198 | 4.213 | 4.288 | 4.243 | 4.258 | 4.272 | 4.286 | 4.298 | 4.310 | 4.321 | 4.332 | 4.343 | 4.354 | 4.65 |
| 17 | 4.197 | 4.212 | 4.227 | 4.242 | 4.257 | 4.272 | 4.286 | 4.300 | 4.312 | 4.324 | 4.335 | 4.346 | 4.375 | 4.368 | 4.479 |
| 16 | 212 | 4.226 | 4.241 | 4.256 | 4.271 | 4.286 | 4.300 | 4.314 | 4.326 | 4.338 | 4.349 | 4.360 | 4.371 | 4.380 | 4.493 |

## Rejestr zmian

01.12.2022, MZ – wersja inicjalna Quarto. Rozwinięcie treści.

Piotr Paweł Woźniak, Karolina Molisak, Maurycy Żarczyński 2022-12-09

1. Należy wziąć pod uwagę, że współczesne badania wskazują, że węglan wapnia (CaCO3) nie jest jedynym węglanem tworzącym osady. Jest to szczególnie istotne w przypadku osadów jeziornych. [↑](#footnote-ref-29)
2. Temperatura w °C. [↑](#footnote-ref-30)
3. Ciśnienie w mm Hg. [↑](#footnote-ref-31)