



Bórmælingar

Jónína Valsdóttir

Greinargerð JV-82/01

BÓRMÆLINGAR

Í sumar hef ég prófað þrjár mismunandi aðferðir til Bórgreininga. Hér á eftir fer örstutt yfirlit yfir árangur þeirra.

Tæki

Allar mæliaðferðirnar byggja á litgreiningu. Litrófsgreinir (spectrophotometer) deildarinnar var notaður og mælingar gerðar í 1,0 sm quartz-kúvettum.

Methylen-aðferðin

Til er lýsing á þessari aðferð í greinargerð eftir TH og ME 1979. Við endurteknar mælingar kom í ljós að gæta verður þess mjög vel að þrifa kúvettunna nægilega vel. Farið var nákvæmlega eftir leiðbeiningunum varðandi tíma sem þurfti að hrista (min 30 sek) og reyndist hann nógu langur. Reynt var að nota 5 ml finnpípettu til að sjúga sýnið upp en hún virtist hræra of mikið upp í því.

Kúvettur voru þvegnar úr ethanolí absalout. Í ljósi þess sem fram kom um kúvettuþvott í seinni athugunum getur vel verið að jafngott sé að þvo þær fyrst úr eimuðu vatni en skola síðan eimaða vatnið af þeim með ethanolínu.

Quinalizarín-aðferð

Árið 1980 voru send sýni til Raunvísindastofnunar Háskóla Íslands og þau mæld þar. RHÍ notaði svokallaða Quinalizarín-aðferð og varð samkvæmni milli staðla ágæt, en þau sýni sem síðar voru einnig mæld á Jarðefnadeild virtust hærri sem næmi einhverjum fasta. Ekki voru sýni þó nógu mörg til þess að unnt væri að staðfesta þennan mun. Í sumar var þessi aðferð svo reynd af undirritaðri.

Fyrst var mæling reynd í plast-tilraunaglösum sem annars eru notuð til klórgreininga á AAS. Útkoman var mjög léleg og helst leit út fyrir að pappi í lokunum hefði orðið fyrir áhrifum. Því var farið á stúfana og

1982-08-17

fundust þá tilraunaglös sem taka 11 ml og voru þau prófuð. Útkoman var heldur skárri á bilinu 1-10 ppm en mjög léleg á bilinu 0,1-1,0 ppm. Síðan var reynt að athuga á hvaða bylgjulengd fengist mest útslag. Það reyndist vera við 636 nm Þar er samkvæmnin mun skárri en samt langt frá því að vera fullnægjandi. Að síðustu voru notaðir aðrir tappar á klór-glösin. Þeir reyndust ekki nógu þéttir og það sullaðist upp úr glösunum við samblöndun. Helstu hugsanlegar úrbætur eru að nota glös sem eru álíka stór og klórmælinga-glösin en með betri töppum, til þess að athuga áhrif mismikilla hristinga. Væntanlegur er skammtari sem tekur 10 ml, og með tilkomu hans er hægt að prófa aðferðina frekar.

Lýsing aðferðar

1,0 ml sýnis pípettaður í glas og síðan 10,0 ml af quinalizarin-lausn. Glasinu lokað, það hrist og síðan kælt í vatnsbaði. Látið bíða í 20 mín. við stofuhita áður en "absorbans" er lesinn við ca 620 nm. Quinalizarin-lausn: 45 mg af quinalizarin leyst í 1 l af brennisteins-sýru (96%). Látið standa í einn dag og hrært (hrist) af og til. Aðferð fengin úr "Chemical analysis, Vol. VIII. Edited by David F. Bolz". Útgefandi: interscience publishers inc. a division of John Wiley and Sons.

Curcumin-aðferðin

Lýsing

0,50 ml af sýni sem inniheldur 0,5-5,0 ppm af Bór, eru pípettaðir í plast-bikarglas og út í það bætt 1,0 ml af ísediki og 3,0 ml af propionic anhydriði og blandað vel saman. 0,25 ml af oxalyl klóríði bætt í dropatali út í. Látið bíða í 15-30 mín. og kælt að stofuhita. Bætt í 3,0 ml af brennisteinsedikssýru-blöndunni og 3,0 ml af curcumin-blöndunni. Blandað vel og látið standa í a.m.k. 30 mín. Að síðustu er bætt í 20 ml af staðal-bufferlausn. Kælt að stofuhita og "absorbans" lesinn við 545 nm.

Curcumin-blanda: 0,125 g af curcumini leyst í 100 ml af ísediki.
Brennisteins-edidsýru-blandan: Jöfn hlutföll brennisteinssýru og ís-ediks.

1982-08-17

Staðal-buffer-lausn: Blandað saman 90 ml af ethanoli (96%), 180 g ammonium acetati og 135 ml af ísediki og allt þynnt í 1 l með vatni.

Frankvæmdar voru nokkuð margar mælingar á stöðlum með curcumin-aðferðinni en ekki tókst að fá staðlana til að falla á línu sem væri nothæf. Mjög lítið var til af plastvöru, þannig að farið var á stúfana til að fá lánuð plastbikarglös því ekki reyndist unnt að fá þau keypt. Fengust 10 stór bikarglös á RALA. Seinna kom í ljós að mismunur var á gildum eftir því í hvers konar bikarglösum sýnin voru, þannig að farið var af stað aftur og 40 stykki af 100 ml plastglösum ásamt lokum voru fengin að láni á Rannsóknarstofnun Fiskiðnaðarins. Það gaf mjög slæma raun að hafa glösin lokuð, sérstaklega ef þeim var lokað strax eftir að oxalyl klóríðinu var bætt út í. Mest næmni reyndist vera við 545 nm, sem er það sem er uppgæfið í verklýsingunni.

Illa gekk að fá kúvettarnar nógu hreinar. Þegar þær eru þvegnar úr ethanoli, myndast útfellingar sem sjálfsagt eru alltaf. Þetta má koma í veg fyrir með því að þrifa þær fyrst vandlega úr vatni og síðan úr ethanoli svo þær þorni.

Prófað var að auka magn anhydriðsins og virtist það heldur til bóta að tvöfalda magn þess (úr 3,0 ml í 6,0 ml).

Það helsta sem þyrfti að athuga er betri aðferð til blöndunar því útlit er fyrir að lausnin sé ekki hómógen og athuga þarf hvert sé heppilegasta magnið af anhydriðinu. Það var ekki hægt að prófa nú því það kláraðist og verður að panta það erlendis frá. Einnig er spurning hvort oxalyl klóríðið er eitthvað lélegt, en það verður að umgangast með mikilli varúð. Þegar dósirnar sem flöskurnar með því eru geymdar í, voru opnaðar sprungu lokin af þeim og vikurinn sem notaður var sem stopp þeyttist í allar áttir. Þegar síðan flöskurnar voru opnaðar sprakk af þeim innri gúmmítappi svipað og gerist þegar kveppavínsflaska er opnuð.

Ef sæmileg vinnulína fæst þarf að athuga áhrif fluor-styrks á mælinguna. Einnig þarf að athuga hvort einhver hluti litarins sem myndast þegar curcumini hefur verið bætt út í, sest innan á vegg bikarglasanna og huga að pöntun á bikarglösum sem ætti að vera farin af stað.

1982-08-17

Greinargerð
JV-82/01

Í möppu sem merkt er "BÓR-lýsingaraðferða-athuganir '82" og sett verður í greina- og bókasafn Jarðefnadeildar eru geymd mæliblöð og línurit sem liggja eftir framangreindar athuganir.

Lýsing á curcumin-aðferð Úppströms er fengin úr "Analytica Chimica Acta" Elsevier Publishing Company, Amsterdam, og var tekið á móti greininni 14/7 1968.

Hér að framan hef ég lýst því helsta sem í ljós hefur komið við athugun á aðferðum til Bór-mælinga sumarið 1982.

17. ágúst 1982

Jónína Valsdóttir.