

A bór karminsavas meghatározását befolyásoló kísérleti körülmények vizsgálata

SÁMSONI ZOLTÁN és MURÁNYINÉ SZELECZKY ANNAMÁRIA

MTA Atommagkutató Intézet, Debrecen

Az utóbbi 15—20 év folyamán egyre fokozódó igény jelentkezik a növények tápanyag-ellátottságára irányuló kutató munkával és az agrokémiai szaktanácsadással összefüggésben a mikrotápelemek megbízható analitikai adatszolgáltatása iránt. A bór az egyik legfontosabb mikrotápelem, amelyet a legtöbb laboratóriumban ma is spektrofotometriás eljárással vizsgálnak. A karminsavval alkotott kék színű komplexére kidolgozott meghatározási módszert mint az egyik leggyakrabban használt analitikai eljárást tartják nyilván.

Növény- és talajanalízisekkel összefüggő munkaprogramjaink során rendszeresen végeztünk bór-meghatározásokat ezzel az eljárással. Néhányszor azonban számottevő és nem magyarázható ingadozást tapasztaltunk a kapott eredményekben, ezért szükségesnek látszott, hogy a módszer pontosságát és érzékenységét befolyásoló tényezőket, hibaforrásokat tüzetesebben megvizsgáljuk.

A bór karminsavas detektálását SORKIN [24] írta le először, kvantitatív eljárást pedig EVANS és MCHARGUE [6] dolgozott ki elsőként. Utánuk többen vizsgálták és fejlesztették ezt az eljárást: HATCHER és WILCOX [11], CALICOAT és WOLSON [4], MISAWA és KANASHIMA [14], NEMODRUK és KARALOVA [15], GUPTA és BOLTZ [10], FLECHON és KUHNAST [8].

Mások kisebb módosítással növények, talajok, műtrágyák bóranalízisét [13, 16, 18, 23] továbbá kertészeti tápoldatok [21], kőzetek [7, 9], fémek és ötvözetek [17], üvegek és kerámiák [20, 22] továbbá a nukleáris technikában alkalmazott anyagok [2, 19] valamint vizek bórtartalmának meghatározását írják le [12, 14]. Vizsgálták a bór-karminsav komplex egyes fiziko-kémiai paramétereit is [1, 10].

Az általánosan használt eljárás szerint a növény minta oldatából, vagy a talajból forró vízzel kioldott oldatból a szerves anyagok elronesolása után 2—25 μg bórtartalomnak megfelelő mennyiséget kvarccsészébe helyezünk, telített $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -oldattal meglúgosítjuk, majd vízfürdőn szárazra pároljuk. A száraz maradékot minimális mennyiségű sósavval és kevés vízzel oldatba visszük. Ehhez meghatározott mennyiségű tömény kénsavban oldott 0,02—1%-os karminsav-oldatot adunk, majd bizonyos állásidő után 585—610 nm között mérjük az abszorbcanciát. A karminsavas bór meghatározásánál van azonban néhány tényező, melynek figyelmen kívül hagyása kisebb-nagyobb hibák forrásává válhat, és ezekről kívántunk részletesebb felvilágosítást kapni.

Az idézett irodalom beszámol arról, hogy a színes komplex kialakulását és a színintenzitás erősségét a következő tényezők befolyásolják: víztartalom,

1. táblázat

A bór karminsavas meghatározásánál szereplő néhány tényező optimális értékhatárai

(1) Víz- tartalom, %	(2) Irodalmi hivatkozás	(3) Sósav- tartalom, %	(2) Irodalmi hivatkozás	(4) Várakozási idő	(2) Irodalmi hivatkozás	(5) Mérési hullám- hossz, nm	(2) Irodalmi hivatkozás
0	[17, 18]	0	[17]	5 min	[23]	410	[21]
< 2,4	[10]	0,2	[4]	40 min	[9]	575	[23]
4–5	[4]	0,5–1,0	[11, 19]	45 min	[11]	585	[8, 9, 11, 19]
8	[20, 22]			1 h	[12, 13, 19]	590	[7]
8–10	[19]			1,5 h	[4, 21]	610	[4, 6, 12, 13]
				3 h	[22]		[17, 20]
				5 h	[7]	615	[10]
				8 h	[8]		
				15 h	[18]		

sósavtartalom, mérés előtti időtartam, a mintaoldat bepárlási hőmérséklete és a mérési hőmérséklet, egyes zavaró elemek jelenléte. A megállapítások azonban meglehetősen inkoherensek.

Ennek illusztrálására az 1. táblázaton bemutatjuk néhány tényezőre vonatkozólag az irodalomban javasolt számértékeket.

Többen foglalkoztak idegen elemek zavaró hatásainak felderítésével is (SMITH és munkatársai [23], BROWN [1] SHELTON és REED [22] REED [20] POLYÁK és munkatársai [18], a mi vizsgálataink azonban ezekre nem terjedtek ki.

Saját mérési eredmények

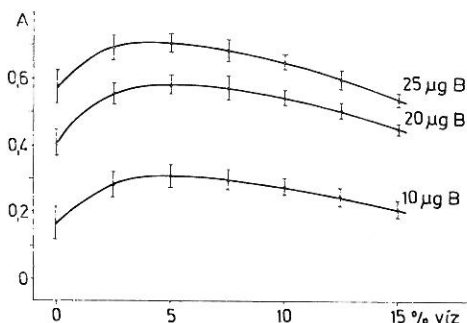
Felhasznált reagensek:

Kénsav:	a) VEB Jenapharm-Laborchemie Apolda, DDR	p. a.
	b) Zorka Šabac, Jugoszlávia	p. a.
	c) Rudi Pont, Milano	p. a.
Karminsav:	a) Fluka AG. Buchs Sg.	p. a.
	b) Riedel De Haen AG. Selze, Hannover	p. a.
	c) Loba Chemie, Wien	p. a.
Sósav:	Reanal, Budapest	p. a.
Nátrium-tetraborát:	Reanal, Budapest	p. a.
Kalcium-hidroxid:	Sojuzchimexport, Moszkva	p. a.

A mérni kívánt paraméterekhez alkalmazott *standard metodika* a következő volt:

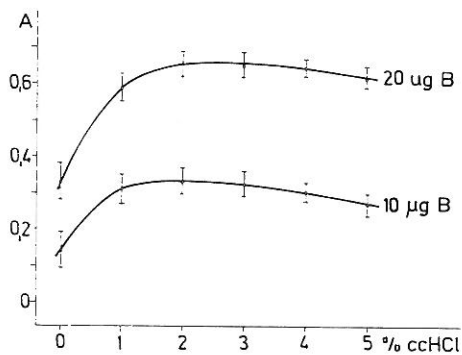
5, 10, 15, 20 és 25 μg bórt tartalmazó oldathoz 5–5 ml telített $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -oldatot adtunk és kvarcsészében vízfürdőn szárazra pároltuk. Lehűlés után cc. kén-savban oldott 5 ml 0,025%-os karminsav-oldatot és 5 ml kénsavat adtunk hozzá, majd 90 perc várakozási idő után 628 nm-nél 1 cm-es küvettával, vakpróbával szemben mértük az extinkciót, Zeiss-Specord Jena DDR UV-VIS spektrofotométeren.

Legelőször azt kívántuk megállapítani, hogy milyen befolyást gyakorol a B-karminsav komplex színintenzitásának kialakulására a víz és a sósav mennyisége. Az 1. ábrán tüntettük fel a mérési oldathoz hozzáadott különböző mennyiségű víz hatását két különböző B-koncentráció mellett, egységesen 1% cc. HCl jelenlétében



1. ábra

Különböző mennyiségű víz hatása a bór-karminsav komplex abszorbanciájára



2. ábra

Különböző koncentrációjú sósav hatása a bór-karminsav komplex abszorbanciájára

Az ábráról jól látható, hogy 5% körüli víztartalom mutatkozik optimálisnak, 7,5%-nál nagyobb víztartalom mellett az abszorbancia csökkenése lép fel.

A 2. ábrán szemléltettük a különböző sósav hozzáadásának hatását egységesen 5% víztartalom mellett, különböző bórkoncentrációknál. Az ábra alapján látható, hogy az optimálisnak vehető HCl-tartalom (38%-os cc. HCl-ra számítva): 1–3%. A víztartalomhoz hasonlóan a sósav koncentrációja is erősen befolyásolja a komplex színintenzitását. Sósav hozzáadása nélkül valamennyi mért érték számottevően alacsonyabbnak adódik, majd az optimális 3%-nál magasabb sósavtartalom hatására ismét csökken.

Továbbiakban azt vizsgáltuk, hogy milyen befolyása van a kész mérési oldat színintenzitására az állásidő alatt különböző időtartamú melegítésnek.

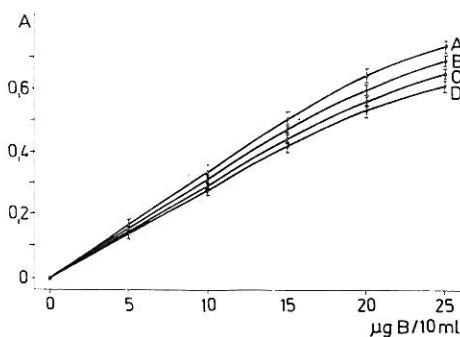
Befolyásolja a B-karminsav komplex kialakulását ugyanis a koncentrált kénsavas oldat hőmérséklete is. CALLICOAT és WOLSZON [4] szerint 25–35 °C hőmérséklet mellett még alig észlelhető eltérés, azonban 60 °C-nál már a szín gyors gyengülése jelentkezik SHELTON és REED mérései szerint [22].

Ennek érdekében az összehasonlító, melegítés nélküli próbán (A) kívül további három próbával végeztünk méréseket. A próbákat vízfürdő hőmérsékletén ~ 100 °C-on tartottuk 30, 60 és 90 percig (B, C, D). Ezeket a mérési eredményeket szemlélteti a 3. ábra. Az ábráról leolvasható, hogy a melegítés hátrányos a módszer érzékenységére. Minél tovább tartott a melegítés, annál alacsonyabb abszorbanciaértéket mértünk.

A felhasznált kénsav eredete néha számottevő eltéréseket okozhat. Különböző forrásból származó kénsavak használatakor CALLICOAT és WOLSZON [4] szerint az eltérés a 20%-ot is meghaladhatja. POLYÁK és munkatársai [18] szerint a különböző eredetű kénsavak között mutatkozó eltérés a kisméretű víztartalom-különbségekre vezethető vissza.

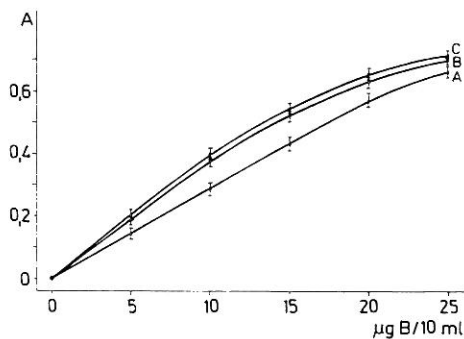
Vizsgálatokat végeztünk ezért annak eldöntésére, hogy a rendelkezésünkre állt három kénsav használatakor mutatkozik-e hibahatárt meghaladó eltérés a mért értékekben. A kapott eredményeket a 4. ábra szemlélteti.

Az A jelű görbe a Zorka Šabac gyártmányú jugoszláv kénsavra, a B jelű görbe a Jenapharm-Laborchemie Apolda gyártmányú NDK kénsavra,



3. ábra

A bór-karminsav komplex abszorbanációjának változása az oldat melegítésére. A = melegítés nélkül, 120 perc állásidő után; B = 30 pernyi 100 °C melegítés után; C = 60 pernyi 100 °C melegítés után; D = 90 pernyi 100 °C melegítés után



4. ábra

Különböző forrásból származó kénsav befolyása a bór-karminsav komplex abszorbanációjára. A = Zorka Šabac gyártmányú jugoszláv kénsavval; B = Jenapharm-Laborchemie Apolda NDK kénsavval; C = Rudi Pont Milano olasz kénsavval

végül a C jelű görbe a Rudi Pont Milano gyártmányú olasz kénsavra vonatkozik. Látható, hogy a két utóbbi kénsav használatakor alig mutatkozik eltérés az extinkcióértékek között, viszont az A jelű görbén ábrázolt jugoszláv kénsavval lényegesen alacsonyabb értékeket kaptunk. Az eltérés olykor a 25%-ot is meghaladta. Meghatároztuk a három különböző kénsav víztartalmát.

Ezek a következők voltak:

- A) Zorka Šabac kénsav: 0,16% víztartalom
- B) Jenapharm-Laborchemie Apolda kénsav: 2,32% víztartalom
- C) Rudi Pont Milano kénsav: 2,43% víztartalom.

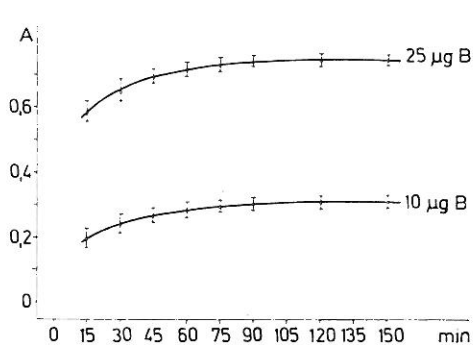
Fentiek szerint világos az összefüggés a kénsav víztartalma és a bór-karminsav komplex színintenzitása között. A mindössze 0,16% víztartalmú jugoszláv kénsavval készített standard sorozat abszorbanációjára minden mért ponton alacsonyabb volt, mint a másik két kénsav használatakor. Figyelmet érdemel még az is, hogy az olasz és NDK gyártmányú kénsavak közel azonos víztartalma jó összhangot mutat a szintén közel azonos lefutású abszorpciós mérési adatokkal.

Vizsgáltuk továbbá azt is, hogy különböző eredetű karminsavaknak van-e befolyása a kialakuló színintenzitásra. Ennek eldöntésére a következő forrásokból származó karminsavakat vizsgáltuk meg: Fluka AG. Buchs SG., Riedel De Haen AG. Seelze, Hannover, Loba Chemie, Wien.

Mindhárom karminsav 0,025%-os oldatát alkalmaztuk azonos eljárás során, három bórkoncentrációnál (5, 10, 20 µgB/10ml) és 3–3 párhuzamos mérés középértékében hibahatáron túli eltérést egyetlen esetben sem találtunk.

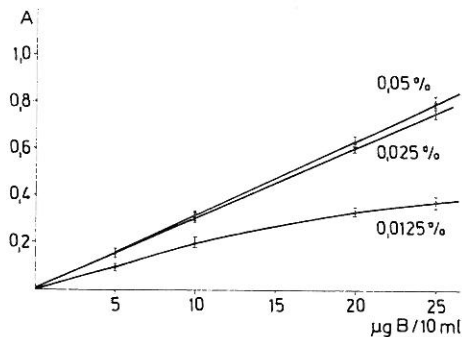
Fontos, tisztázásra szoruló kérdés volt a mérendő oldat optimális állásidejének megállapítása. Ebből a célból három különböző koncentrációjú oldat-

tal végeztünk mérésorozatot 15–180 perces állásidővel. Az így nyert mérési eredményeinket mutatjuk be az 5. ábrán. Az ábráról jól látható az abszorban-
ciaértékek időbeni változása. A bemutatott eredmények szerint az adott kísér-
leti feltételek mellett 120 perces várakozási idő után stabil és jól reprodukálható
mérési értékek nyerhetők.



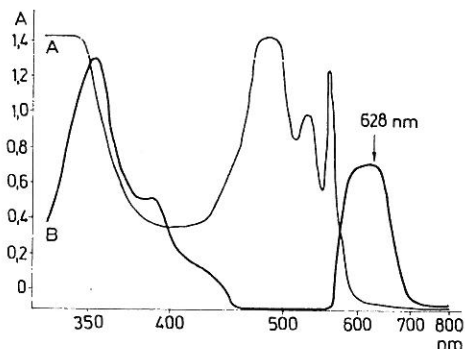
5. ábra

Különböző állásidő hatása a bór-karminsav komplex abszorban-
ciájára



6. ábra

Különböző koncentrációjú karminsav rea-
gensek hatása a bór-karminsav komplex
abszorban-
ciájára



7. ábra

A bór-karminsav komplex abszorpciós
spektruma 330–800 nm között. A =
= 0,025% karminsav/cc. kénsav + 0 µg
bór; B = 0,025% karminsav/cc. kénsav +
+ 25 µg bór

Méréseket végeztünk végül a legalkalmasabb karminsav-koncentráció
megállapítása érdekében. Ebből a célból három különböző koncentrációjú
Fluka AG. gyártmányú karminsav-oldattal végeztünk méréseket. A karminsav-
koncentrációk a következők voltak: 0,0125%, 0,025%, és 0,05%. A mérési ered-
ményeket a 6. ábrán foglaltuk össze.

Az ábra alapján jól látható, hogy a 0,0125%-os karmínsav használata egyrészt a nagyon alacsony abszorbanciaértékek miatt, másrészt mivel a Beer-törvényt csak rövid intervallumon belül tölti be, nem ajánlható. Ezzel szemben csak alig mutatkozik különbség a 0,025%-os és a 0,05%-os karmínsav-oldatokkal készült mérőegyenések között. Ezek alapján kielégítőnek ítéljük a 0,025%-os karmínsav-oldat használatát.

A bór-karmínsav komplex abszorpciós spektrumát többen is vizsgálták [3, 7, 10, 11, 22] szűkebb hullámhosszterületen belül. Mi azzal a céllal vettük fel a komplex spektrumát 330—800 nm között, hogy a részletek pontosabb regisztrálása mellett a mérésre leginkább megfelelő abszorpciós maximumot megkeressük. A 7. ábra a bór-karmínsav komplex és a karmínsav abszorpciós spektrumát szemlélteti. A spektrum alapján úgy találtuk, hogy az ideális abszorpciós maximum 628 nm-nél van.

Javasolt mérési eljárás

Szükséges vegyszerek

Karmínsav-oldat: 250 mg p. a. minőségű karmínsavat 1000 ml cc. kénsavban oldunk. Az oldat egy hónapig tartható el.

Telített Ca(OH)₂-oldat: 2,5 g Ca(OH)₂ p. a.-t 1000 ml desztillált vízzel alaposan összerázunk és ülepedés után a tiszta oldatot használjuk.

Sósav: 100 ml cc. HCl-hez 320 ml desztillált vizet adunk.

A vizsgálandó növény minta oldatból 2—20 μ g B-tartalomnak megfelelő mennyiséget kvarc bepárló csészébe viszünk. Ez a legtöbb növény minta esetében 0,5—1,0 g száraz anyagnak megfelelő mennyiség. Hozzáadunk 5 ml Ca(OH)₂-oldatot és vízfürdőn szárazra pároljuk. A száraz maradékhoz 0,6 ml sósavoldatot adunk, és melegítés nélkül a maradékot feloldjuk. Ezután hozzáadunk 10,00 ml 0,025%-os karmínsavat, óvatosan lehűtjük, és üvegdugóval lezárjuk. Két órai állásidő után bórmentes vakpróbával szemben 1 cm-es küvettában 628 nm-nél mérjük az abszorbanciát.

Összefoglalás

Részletesen vizsgáltuk a karmínsavas bór meghatározás érzékenységét és pontosságát befolyásoló tényezőket. Megállapítottuk, hogy a mérési oldat víz- és sósavtartalma a kialakuló szín intenzitását illetően optimum görbével jellemezhető. Az optimális víztartalom 5% körüli, az optimális sósavtartalom pedig 1—3% (38%-os HCl-ra vonatkoztatva). A mérésre kerülő oldat állási ideje erősen befolyásolja a komplex színintenzitását. Kellően érzékeny és megfelelően pontos eredmények 2 órás állásidő után nyerhetők. Különböző forrásból származó kénsav a víztartalma folytán számottevően befolyásolhatja a komplex színintenzitását. Az állásidő alatti melegítést károsnak találtuk, mert az érzékenységet észrevehetően csökkenti. Megállapítottuk az analitikai célból legalkalmasabb karmínsav koncentrációt (0,025%), valamint az optimális mérési hullámhosszúságot (628 nm). Bemutatjuk végül a bór-karmínsav komplex abszorpciós spektrumát 330—800 nm között.

Irodalom

- [1] BROWN, R. S.: Complex formation in concentrated sulphuric acid between carminic acid and germanium (IV) and boric acid. *Anal. Chim. Acta.* **50.** 157—160. 1970.
- [2] BRUCE, T. & ASHLEY, R. W.: Spectrophotometric determination of boron with carminic acid in neutral solutions. Report of Atomic Energy Canada LTD. AECL 4446—4460. *Nuclear Science Abstracts.* **28.** 50. 1973.
- [3] CALKINS, R. C. & STENGER, V. A.: Photometric determination of boron in titanium and its alloys. *Anal. Chem.* **28.** 399—402. 1956.
- [4] CALLICOT, D. L. & WOLSON, J. D.: Carminic acid procedure for determination of boron. *Anal. Chem.* **31.** 1434—1437. 1959.
- [5] CAPITAN GARCIA, F. & LACHIKA GARRIDO, M.: Stoichiometry of the boron-carmino complex. *Ars. Pharm.* **4.** 255—260. 1963.
- [6] EVANS, C. A. & MCHARGUE, J. S.: Report on the determination of boron in soils. *J. Assoc. Offic. Agr. Chemists* **30.** 308—310. 1947.
- [7] FARZANEH, A., TROLL, G. & NEUBAUER, W.: Rapid determination of boron traces in silicate materials. *Fresenius Z. Anal. Chem.* **296.** 383—385. 1979.
- [8] FLECHON, J. & KUHNAST, F. A.: Colorimetric determination of boron by carminic acid. *Bull. Soc. Chim. France.* **5—6.** 739—741. 1976.
- [9] FLEET, M. E.: Spectrophotometric method for determining trace amounts of boron in rocks and minerals. *Anal. Chem.* **39.** 253—255. 1967.
- [10] GUPTA, H. K. L. & BOLTZ, D. F.: Spectrophotometric study of the determination of boron by the carminic acid method. *Microchim. Acta* **3.** 415—428. 1974.
- [11] HATCHER, J. T. & WILCOX, L. V.: Colorimetric determination of boron using carmine. *Anal. Chem.* **22.** 567—569. 1950.
- [12] KAWAGUCHI, H.: Colorimetric determination of traces of boron. *Japan Analyst.* **4.** 307—310. 1955.
- [13] MALYUGA, D. P.: Opređenje malih količina bora v privdnuh vodah, pocsvah i rasztonijah. *Agrohimiya.* (3) 134—137. 1969.
- [14] MISAWA, A. H. & KANASHIMA, A. H.: Colorimetric determination of a minute quantity of boron with carminic acid. *Hokkaido-Ritsu Eisei Kenkyushoho* **13.** 214—217. 1962.
- [15] NEMODRUK, A. A. & KARALOVA, Z. K.: Analiticeszkaja himija bora. *ANSSSR. Moszkva* p. 47. 1964.
- [16] NIKISHKINA, P. I.: Fotometričeskoje opredelenie bora metodom Karminnoj Kisloty. *Mikroelementy v SSSR. Akad. Nauk. Latv. SSR. Inst. Biol. No. 5.* 61—62. 1963.
- [17] NORWITZ, G. & GORDON, H.: Spectrophotometric determination of boron in cobalt and nickel coatings by means of carminic acid. *Anal. Chim. Acta* **94.** 175—180. 1977.
- [18] POLYÁK K., HALÁSZ A. & SZABÓ GY.: Műtrágyák bórtartalmának meghatározása. *Agrokémia és Talajtan.* **24.** 151—158. 1975.
- [19] PUPHAL, K. W. et al.: Determination of boron in aluminium-uranium fuel elements. *Anal. Chem.* **30.** 1612—1614. 1958.
- [20] REED, R. A.: Spectrophotometric method for the determination of boron in glasses, glazes and ceramic colours. *Analyst.* **102.** 831—836. 1977.
- [21] ROSENFELD, H. J. & SELMER-OLSEN, A. R.: Spectrophotometric determination of trace amounts of nitrate. *Analyst.* **104.** 983—985. 1979.
- [22] SHELTON, N. F. C. & REED, R. A.: The determination of boron in magnesites using carminic acid. *Analyst.* **101.** 396—403. 1976.
- [23] SMITH, W. C., GOUDIE, A. J. & SIVERTSON, J. N.: Colorimetric determination of trace quantities of boric acid in biological materials. *Anal. Chem.* **27.** 295—297. 1955.
- [24] SORKIN, F. P.: Chuvstvitel'naja reaktshija bornoj Kisloty. *Khim. Zsurn. Szer. B. Zsurn. Prikladnoj Khimii* **9.** 1505—1506. 1936.

Érkezett: 1981. március 31.

Experimental Conditions Influencing the Determination of Boron by Carminic Acid

Z. SÁMSONI and A. SZELECZKY M.

Institute of Nuclear Research of the Hungarian Academy of Sciences, Debrecen

Summary

Detailed experiments were carried out to find the factors which influence the sensitivity and accuracy of boron determination by carminic acid.

It has been found that the water and hydrochloric acid content of the sample solution can be characterized by an optimum curve concerning the developing colour intensity. The optimum water content is about 5%, and the optimum hydrochloric acid content is 1—3% (38% HCl).

The colour intensity of the complex is considerably influenced by the interval between the preparation of the sample solution and the determination. A two-hour-interval is necessary to get duly sensitive and suitably accurate results. The application of sulphuric acids from different sources can influence considerably the colour intensity of the boron-carminic acid complex by their different water contents. Warming during the interval is definitely harmful, because the sensitivity is considerably decreased by it. The most convenient concentration of carminic acid for the analytical purpose (0.025%) and the optimum wave-length for the measurement (628 nm) were determined. Finally, we demonstrated the absorption spectrum of boron-carminic acid complex between 330—800 nm.

Table 1. The optimum ranges of some values for the B-determination by carminic acid. (1) Water content. (2) Literature cited. (3) Hydrochloric acid content. (4). Interval. (5) Wave-length for the measurement.

Fig. 1. The effect of different water contents on the absorbance of boron-carminic acid complex.

Fig. 2. The effect of different hydrochloric acid contents on the absorbance of boron-carminic acid complex.

Fig. 3. The change of the absorbance of boron-carminic acid complex due to warming of the solution. A = Without warming after 120 min. interval; B = After 30 min. warming at 100 °C; C = After 60 min. warming at 100 °C; D = After 90 min. warming at 100 °C.

Fig. 4. The influence of sulphuric acids of different origin on the absorbance of boron-carminic acid complex. — A = With sulphuric acid Zorka-Šabac, Yugoslavia; B = With sulphuric acid Jenapharm Laborchemie Apolda, GDR; C = With sulphuric acid Rudi Pont Milano, Italy.

Fig. 5. The influence of different standing times on the absorbance of boron-carminic acid complex.

Fig. 6. The influence of carminic acid reagents with different concentrations on the absorbance of boron-carminic acid complex.

Fig. 7. The absorption spectrum of boron-carminic acid complex between 330—800 nm. — A = 0.025% carminic acid/cc. $H_2SO_4 + 0 \mu g$ B; B = 0.025% carminic acid/cc. $H_2SO_4 + 25 \mu g$ B.

Experimentalumstände beeinflussende Faktoren der Bor-Bestimmung durch Carminsäure Komplex

Z. SÁMSONI und A. SZELECZKY M.

Institut für Atomkernforschung der Ungarischen Akademie der Wissenschaften, Debrecen (Ungarn)

Zusammenfassung

Eingehende Untersuchungen wurden über die die Genauigkeit und Empfindlichkeit beeinflussenden Faktoren der Bor-Bestimmung durch Carminsäure Komplex durchgeführt. Es wurde festgestellt, dass der Wasser- und Salzsäuregehalt der schwefelsäurigen Messlösung, hinsichtlich der Intensität der sich entwickelnden Farbe durch Optimum-Kurven charakterisiert werden kann.

Der optimale Wasser- bzw. Salzsäuregehalt ist ungefähr 5% bzw. 1—3% (bezogen auf 38%-ige HCl).

Die Standzeit der Messlösung beeinflusst stark die Farbintensität des Komplexes. Richtige, empfindliche und genaue Resultate können nach zwei Stunden Standzeit erhalten werden. Die von verschiedenen Quellen stammenden Schwefelsäuren können — durch ihren Wassergehalt — die Farbintensität des Bor-Carminsäure Komplexes beträchtlich beeinflussen. Die Erwärmung der Messlösung während der Standzeit wurde ungünstig gefunden, weil sie die Empfindlichkeit bedeutend vermindert. Es wurde die zu analytischen Zwecken allermeist geeignete Konzentration der Carminsäure (0,025%), sowie die optimale Messwellenlänge (628 nm) festgestellt. Endlich wird das Absorptions-Spektrum des Bor-Carminsäure Komplexes zwischen 330—800 nm dargestellt.

Tabelle 1. Optimale Bereiche einiger Faktoren für die Borsäuresbestimmung mittels Carminsäure. (1) Wassergehalt. (2) Literaturangabe. (3) Salzsäuregehalt. (4) Standzeit. (5) Messwellenlänge. (6) Literaturangabe.

Abb. 1. Effekt der verschiedenen Wassermengen auf die Absorption des Bor-Carminsäure Komplexes.

Abb. 2. Effekt der verschiedenen Salzsäuremengen auf die Absorption des Bor-Carminsäure Komplexes.

Abb. 3. Änderung der Absorption des Bor-Carminsäure Komplexes Während der Wärmung der Lösung. A = Ohne Wärmung nach 120 min Standzeit. B = Wärmung bei 100 °C nach 30 min. C = Wärmung bei 100 °C nach 60 min D = Wärmung bei 100 °C nach 90 min.

Abb. 4. Wirkung der von verschiedenen Quellen stammenden Schwefelsäuren auf die Absorption des Bor-Carminsäure Komplexes. A = Schwefelsäure von Zorka Šabac Yugoslavia; B = Schwefelsäure von Jenapharm Laborchemie Apolda, DDR; C = Schwefelsäure von Rudi Pont Milano Italia

Abb. 5. Wirkung der verschiedenen Standzeiten auf die Absorption des Bor-Carminsäure Komplexes.

Abb. 6. Wirkung der Reagenten von verschiedenen Konzentrationen auf die Absorption des Bor-Carminsäure Komplexes.

Abb. 7. Absorptionsspektrum des Bor-Carminsäure Komplexes zwischen 330—800 nm. A = 0,025% Carminsäure /cc. H₂SO₄ + 0 µgB; B = 0,025% Carminsäure /cc. H₂SO₄ + 25 µg B.

Изучение экспериментальных условий влияющих на определение карминкислотного бора

З. ШАМШОНИ и А. СЕЛЕЦКИ М.

Институт Ядерных Исследований Венгерской Академии Наук, Дебрецен

Резюме

Провели детальные изучения с целью определения факторов, влияющих на чувствительность и точность определения кармин-кислотного бора. Установили, что интенсивность цвета отличается оптимальным графиком при соответствующем содержании воды и соляной кислоты. Оптимальное содержание воды приблизительно 5%, оптимальное содержание соляной кислоты 1—3% (относительно 38% соляной кислоты). Время до измерения значительно влияет на интенсивность цвета комплекса. Хорошие результаты получили при измерении через два часа. Серные кислоты, полученные из различных источников, также влияют на интенсивность цвета комплекса в зависимости от содержания в них воды. Нагревание перед измерением не рекомендуется, поскольку приводит к уменьшению чувствительности. В аналитических целях, наиболее соответствующей концентрацией кармин-кислоты является 0,025%, оптимальная длина волны для измерения — 628 нм. Авторы приводят абсорбционный спектр комплекса кармин-кислотного бора между 330—800 нм.

Таблица 1. Оптимальные предельные величины некоторых факторов, влияющих при карминокислом определении бора. (1) Содержание воды в %. (2) Литературны данные (3) Содержание соляной кислоты. (4) Время ожидания. (5) Длина волны для измерения нм.

Рис. 1. Влияние различного количества воды на абсорбцию комплекса кармин-кислотного бора.

Рис. 2. Влияние различных-концентраций соляной кислоты на абсорбцию комплекса кармин-кислотного бора.

Рис. 3. Изменение абсорбции комплекса кармин-кислотного бора при нагревании раствора. А = без нагревания через 120 минут. В = при нагревании до 100 °С 30 минут. С = нагревание до 100 °С 60 минут. D = нагревание до 100 °С 90 минут.

Рис. 4. Влияние серных кислот, полученных из различных источников, на абсорбцию комплекса кармин-кислотного бора. А = серная кислота из Югославии (Zorka Sabac). В = серная кислота из ГДР. Jena-pharm Laborchemie Apolda С = серная кислота из Италии (Rudi Pont Milano).

Рис. 5. Влияние времени ожидания на абсорбцию комплекса кармин-кислотного бора.

Рис. 6. Влияние различных концентраций карминовых-кислот на абсорбцию комплекса кармин-кислотного бора.

Рис. 7. Абсорбционный спектр комплекса кармин-кислотного бора между 330—800 нм. А = 0,025% кармин-кислота/сс. серная кислота + 20 μ г бора. В = 0,025% кармин-кислота/сс. серная кислота + 25 μ г бора.