

Analyser af sandprøver

Introduktion

Kemiske analyser er af stor betydning for hele vores samfund. Vi analyserer vores drikkevand og spildevand, de produkter, der kommer fra Asien, fødevarer, lægemidler, plastmaterialer og meget andet. I denne øvelse tager vi udgangspunkt i en punktfurening, der er fundet på en sandstrand.

Nogle borgere har indrapporteret en mistanke om en nedgravet forureningskilde – det kunne være en gammel landmine, en dunk med olie, udmundingen på et gammelt spildevandsrør eller lignende. For at lokalisere forureningen er der udtaget prøver fra området ud fra et 3x3 felt område. Opgaven for os er at teste jordprøver fra alle felter og på baggrund af de udførte tests finde ud af, hvor forureningen er værst.

Felt 1	Felt 2	Felt 3
Felt 4	Felt 5	Felt 6
Felt 7	Felt 8	Felt 9

Hvert hold tester mindst en jordprøve, og testresultaterne indskrives på fællestavlen. Der er tre delprøver i hvert felt, så det skulle være klart, hvor analyserne mangler, hvis man går i gang med en prøve mere.

Efter hver prøve noteres resultaterne på den store fællestavle i laboratoriet.

INDEN DU GÅR I GANG

Du skal være ikklædt kittel og have sikkerhedsbriller på.

Hvis du har langt hår, skal det være sat op, så det ikke kommer i klemme eller forstyrrer udsynet.

Få en snak med din holdmakker om, hvordan I arbejder bedst, så I ikke forvirrer hinanden mere end højest nødvendigt. Aftal eventuelt en arbejdsdeling – tager i f.eks. begge noter, eller er det kun en af Jer, og hvordan holder I bedst styr på glas til alle de forskellige tests? **Orienter Jer om udstyret i stinkskabet ved at gennemgå listen på side 7 i denne vejledning.**

Vi arbejder med vandige opløsninger af lave koncentrationer i dette forsøg, og derfor er det ikke nødvendigt at bruge handsker. Vask hænderne, hvis du spilder ud over dig selv.

NÅR DU ER FÆRDIG

Alle væsker skal hældes i dunken i stinkskabet, når du er færdig med prøven. Røret med resten af sandet smides i affaldsposen i stinkskabet. Skyl glasudstyret efter med vand og sæt de små reagensglas på hovedet i de blå stativer.

Brugte TLC-plader lægges i plastbøtten i TLC-stinkskabet. Brugte cuvetter fra UV tømmes i dunken og smides derefter i affaldsposen.

Alt opvask samles i de opstillede opvaskekasser.

FORBEREDELSE

Hent et plastrør med en sandprøve i fra en af felterne. Noter feltets nummer i skemaet på side 6. Placer Jeres rør i det glas, der bruges til dette formål og hæld vand i røret fra dråbeflasken. Der skal være vand op til stregen på røret mærket "4".

Sæt låg på røret og ryst det godt i 10-15 sekunder for at trække de forskellige stoffer ud i vandet. Lad røret stå, så sandet falder til bunds, mens I gør resten af tingene klar.

Hent en håndfuld små reagensglas og placer dem i det hvide stativ. I skal udføre alle tests i glassene, så find et system, der passer Jer, så I har styr på, hvad der er hvad. Se også efter, at I har nok plastpipetter. I kan bruge plastpipetterne flere gange, så længe I udtager fra den samme væske.

Nu er I klar til at teste sandprøven.

TEST 1: PH-MÅLING

Riv et stykke pH-papir af og hold det gerne med en pincet. Brug en plastpipette til at overføre et par dråber af vandet fra sandprøven til pH-papiret.

Resultat: Noter prøvens pH i skemaet og vurder, om den er sur (S = pH mellem 1-4), neutral (N = pH mellem 5-9) eller basisk (B = pH mellem 10-14).

Angiv resultatet med det tilsvarende bogstav (S, N eller B) på fællestavlen med felterne i laboratoriet.

pH har en stor virkning på miljøet. Levende organismer trives normalt ikke ved hverken for høj eller for lav pH, og den pH, man finder i naturen, falder oftest indenfor det neutrale eller let sure interval. Et resultat med enten sur eller basisk udfald kan være tegn på menneskelig påvirkning og dermed forurening.

TEST 2: REAKTION MED SYRE

Brug plastpipetten til at overføre ca. ½ mL vand fra sandprøven til et lille reagensglas. Dryp heri 2-3 dråber saltsyre (HCl) fra dråbeflasken. Iagttag reaktionen. Forekommer der udvikling af gas (bobler prøven)?

Resultat: Prøven bobler = +, Prøven bobler ikke = ÷

Angiv resultatet som + eller ÷ på fællestavlen.

Hvis der er kalk eller ammoniak i jorden, kan man i nogle tilfælde forvente naturlig gasudvikling ved denne test, men da prøverne er fra en kalk- og næringsfattig strandbred, vil en udvikling af gas her tolkes som en menneskelig påvirkning og dermed forurening.

TEST 3: REAKTION MED SALTFÆLDNING

Brug plastpipetten til at overføre ca. ½ mL vand fra sandprøven til et tomt lille reagensglas. Dryp heri 1-2 dråber bariumnitrat ($\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$) fra dråbeflasken. Iagttag reaktionen. Dannes der bundfald (bliver prøven mælket og uklar)?

Resultat: Prøven bliver mælket og uklar = +, Prøven forbliver klar og gennemsigtig = ÷

Angiv resultatet som + eller ÷ på fællestavlen.

En udvikling af bundfald med bariumnitrat kan fortælle os noget om den kemiske sammensætning af den forurening, vi leder efter. I dette tilfælde ved vi, at kationen barium kun udfælder sammen med visse anioner. Barium udfælder bl.a. med karbonater (CO_3^{2-}) og sulfater (SO_4^{2-}), og da vi ikke forventer en stor forekomst af disse på en sandstrand, må en udvikling af bundfald tolkes som en menneskelig påvirkning og dermed forurening.

Kation = den positive del af et salt. F.eks.: Ba^{2+} (barium), Na^+ (natrium) og Ca^{2+} (calcium).

Anion = den negative del af et salt. F.eks.: Cl^- (chlorid), NO_3^- (nitrat) og PO_3^{2-} (phosphat).

TEST 4: REAKTION MED BASE

Brug plastpipetten til at overføre ca. ½ mL vand fra sandprøven til et tomt lille reagensglas. Dryp heri 1-2 dråber natriumhydroxid (NaOH) fra dråbeflasken. Iagttag reaktionen. Dannes der bundfald (bliver prøven mælket og uklar)?

Resultat: Prøven bliver mælket og uklar = +, Prøven forbliver klar og gennemsigtig = ÷

Angiv resultatet som + eller ÷ på fællestavlen.

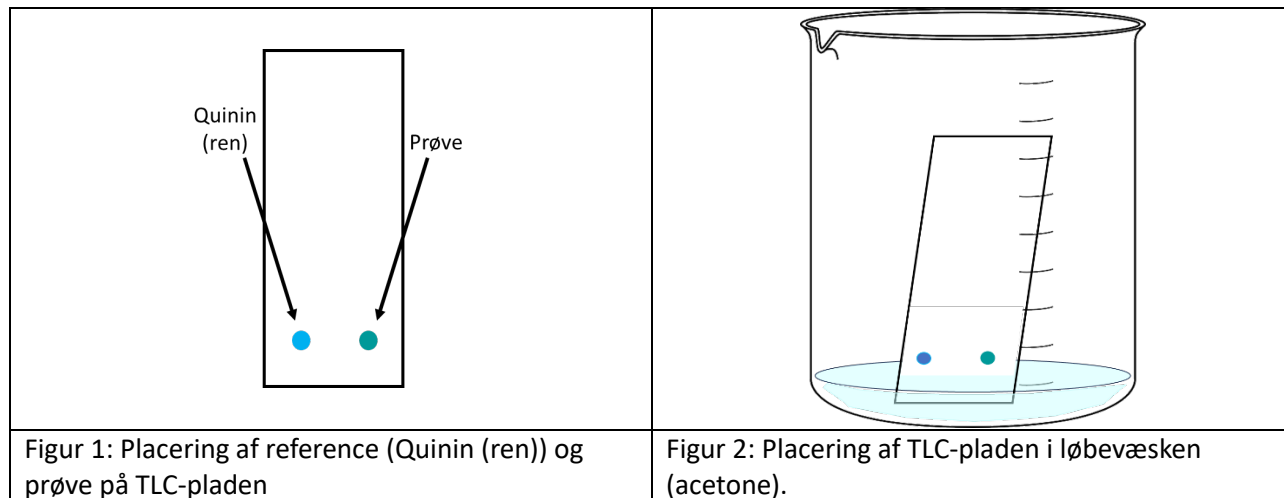
En udvikling af bundfald med natriumhydroxid kan fortælle os noget om den kemiske sammensætning af den forurening, vi leder efter. I dette tilfælde ved vi, at tilstedeværelsen af de naturligt forekommende forbindelser vil resultere i bundfald. Bundfald i denne test tyder altså på, at forureningen ikke har ødelagt det naturlige miljø, og det kan give os en indikation af, hvor langt forureningen har bredt sig. Hvis der er bundfald, er forureningen ikke fuldstændig ødelæggende i dette felt.

TEST 5A: UNDERSØGELSE AF ORGANISKE MARKØRER MED TLC

Brug plastpipetten til at overføre 1 mL vand fra sandprøven til et tomt lille reagensglas. Tag dit lille reagensglas med hen til et TLC-stinkskab. **OBS! Se på sidste side, hvordan du klargør bægerglas til TLC.**

Tag en TLC-plade fra beholderen og afsæt dråber af ren Quinin, og prøve ca. 1 cm fra bunden – Quinin til venstre og prøve til højre: **Se Figur 1.** Dråberne (ikke alt for store) afsættes ved at dyppe en pipettespids i opløsningen med Quinin og derefter overføre væsken til den venstre side af TLC-pladen. Lad pletten tørre og

gentag 2-3 gange. Tag derefter en ny pipettespids og dyp den i prøven. Overfør til den højre side af TLC-pladen. Lad pletten tørre og gentag 2-3 gange.



Når begge pletter er tørre, placeres TLC-pladen i bægerglasset (se Figur 2 og orienter dig om udstyret i TLC-stinkskabet på listen på side 6), og urglasset lægges på som låg. Hold øje med pladen, og når væsken er trukket op til ca. 1 cm fra toppen, tages pladen op og lægges til tørre ovenpå urglasset. Når pladen er helt tør, bringes den hen til UV-lampen (254 nm), og pladen vurderes.

Resultat: Pladerne kan se ud som nedenstående.

Angiv resultatet ved at tegne pletterne ind i TLC-firkanten på fællestavlen.

								
Venstre: Quinin (reference); Højre: Quinin-lignende stof (prøve)			Venstre: Quinin (reference); Højre: Quinin-lignende stof + organisk markør (prøve)			Venstre: Quinin (reference); Højre: Organisk markør (prøve)		

I dette tilfælde har vi en formodning om, at noget af forureningen stammer fra et Quinin-lignende stof, og vi bruger derfor Quinin som reference overfor dette i prøven. Tilstedeværelse af det Quinin-lignende stof vil derfor tolkes som menneskelig påvirkning og dermed forurening. Findes der derimod kun de rene organiske markør, vil forureningen ikke have bredt sig til dette felt. En blanding indikerer, at forureningen har bredt sig - men ikke fuldstændigt.

TEST 5B: VERIFIKATION AF TLC MED UV-MÅLING

Fortolkningen af TLC kan være usikker, fordi pletternes placering og tydelighed afhænger af, hvor godt man får afsat dem på pladen, og hvor koncentreret stoffet i prøven er. Derfor kan usikre resultater verificeres med en anden teknik, der er mere følsom, men som også kræver dyrere udstyr.

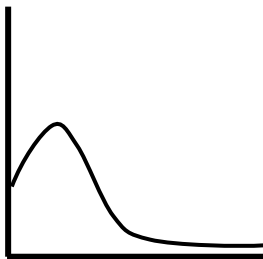
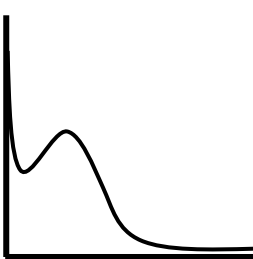
TLC vil altså være at foretrække, hvis man skal teste disse prøver ude i felten, men her i laboratoriet kan vi vælge at bekræfte vores resultater med UV-spektrofotometer.

Brug plastpipetten til at overføre ca. ½ mL vand fra sandprøven til en engangscuvette (husk at holde den rigtigt: den blanke side skal være ren), som du finder ved siden af UV-apparatet. Fyld derefter cuvetten ca. ¾ op med vand fra sprøjteflasken og bland eventuelt efter med en engangspipette (sug op og pump ud et par gange).

UV-Apparatet er nulstillet med vand og indstillet til at scanne mellem 300-500 nm. Tilkald en hjælper første gang, du skal bruge apparatet, så får du vist, hvordan du skal udføre en måling.

Resultat: Scanningerne kan se ud som nedenstående.

Angiv med "UV" på tavlen, at TLC-resultatet er verificeret.

		
Det Quinin-lignende stof er til stede som det eneste i prøven.	Prøven indeholder en blanding af det Quinin-lignende stof og den organiske markør.	Den organiske markør er til stede som den eneste i prøven.

Fortolkningen af scanningerne er de samme som ovenfor under Test 5A. På kurverne kan man tydeligt se, hvis det Quinin-lignende stof er til stede, da dette har en markant absorbans, hvorimod den organiske markørs absorbans ligger udenfor scanningsområdet.

Grunden til, at vi bruger begge teknikker, er for at illustrere styrken i at bruge to uafhængige teknikker til at påvise et resultat. Hvis kun en teknik bruges, kan der argumenteres for sjusk eller utilsigtet forurening (som hvis din kuvette var snavset med noget, der absorberer i samme område), men hvis der er to helt forskellige målinger, der viser det samme – her en alvorlig forurening – er man mere overbevisende.

Testresultater for sandprøver:

Prøve fra Felt:			Prøve fra Felt:			Prøve fra Felt:	
Test 1			Test 1			Test 1	
Test 2			Test 2			Test 2	
Test 3			Test 3			Test 3	
Test 4			Test 4			Test 4	
Test 5A og 5B			Test 5A og 5B			Test 5A og 5B	

Prøve fra Felt:			Prøve fra Felt:			Prøve fra Felt:	
Test 1			Test 1			Test 1	
Test 2			Test 2			Test 2	
Test 3			Test 3			Test 3	
Test 4			Test 4			Test 4	
Test 5A og 5B			Test 5A og 5B			Test 5A og 5B	

Notater:

Udstyr i holdets stinksab:

- Måleglas til parkering af sandprøve
- Hvidt reagensglasstativ til igangværende tests
- Blåt reagensglasstativ til beskidte reagensglas (vend dem på hovedet efter skylning)
- Pincet
- pH-papir
- Bægerglas til ubrugte engangspipetter – fyldes op fra kasserne på midterbordene
- Sprøjteflaske med vand til rengøring af glas og rør
- Dråbeflaske med vand
- Dråbeflaske med saltsyre – HCl
- Dråbeflaske med bariumnitrat – $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$
- Dråbeflaske med natriumhydroxid – NaOH

Udstyr i TLC stinksab:

- Bægerglas med låg af urglas – Det første hold, der benytter stinksabet, hælder acetone i bægerglasset, så det når 3-4 mm op, urglasset lægges på, og der ventes i 5 min til acetonedamp har fyldt glasset. Så er glasset klar til brug. Glasset kan nu benyttes flere gange, så lad det stå til den næste bruger.
- Beholder med rene TLC-plader – der skal bruges en plade pr. sandprøve.
- Æske med de pipettespidser, der skal bruges for at overføre væske fra glas til plade – brug en til Quinin-opløsning og en anden til din prøve.
- Hvid plastbøtte til brugte TLC-plader – smid dem først ud, når du har registreret resultatet alle de relevante steder.

Apparater:

- UV-lampe til at se på de færdige plader er placeret centralt på et af midterbordene. Spørg evt. en hjælper om, hvordan den skal bruges.
- UV-apparat med cuvetter til scanning af opløsninger er placeret centralt på et af midterbordene. Spørg en hjælper om assistance ved din første måling.