

JERN I FISKERISALT

Prinsipp

Fe^{III} omsettes med tiocyanat og danner fargekompleks som bestemmes spektrofotometrisk.

Reagenser

1. Ammoniumtiocyanat ($\text{NH}_4 \cdot \text{SCN}$), 20 % w/v i vann.
2. Etylenglykol-mono-butyl-eter.
3. H_2O . Destillert vann, redestillert i glassapparat.
4. HCl . 37 %, sp.v. 1.19.
5. H_2O_2 . 30 %-ig.
6. Standard Fe-oppløsning: 0.7022 g $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ferroammoniumsulfat, løses i 100 ml destillert vann og tilsettes 10 ml H_2SO_4 (1:1). Etter oppvarming tilsettes 0,1 %-ig KMnO_4 -løsning til svak rosa farge. Deretter avkjøles og overføres til en 1-liter målekolbe som fylles opp til merket med destillert vann. Standardløsningen fås ved å tynne denne løsningen 10 ganger. 1 ml tilsvarer 0,01 mg jern.
7. Salpetersyre (65 %-ig) sp.v. 1.4.

Alle reagenser skal være av pro analysi-kvalitet. Alle glassaker (kolber, trakter, reagensflasker, m.m.) må renses omhyggelig med salpetersyre fortynnet i vann.

Utførelse

10 g av saltprøven overføres til 100 ml målekolbe og løses i ca. 80 ml vann. Etter at saltet er løst tilføres 5 ml kons. HCl og 0,1 ml 30 %-ig H_2O_2 . Det hele blandes grundig og en setter til 5 ml 20 %-ig ammoniumtiocyanat. For å oppnå fargestabilitet i 1 time må en før oppfylling til merket med vann tilsette 2 ml etylenglykol-mono-butyl-eter. Om en imidlertid leser av innen et kvarter kan denne tilsetning sløyfes. Etter oppfylling hensettes prøven i mørke, hvoretter absorpsjonen leses av ved 480 nm mot blindprøve som har gjennomgått samme prosedyre. Ved spesielt skittent salt kan det være nødvendig å filtrere saltløsningen gjennom hvitbåndfilter eller tilsvarende kvalitet. Filtreringen skjer etter at HCl og H_2O_2 er satt til.

Kalibreringskurve

For beregning av Fe-innholdet i analyseprøven må det settes opp en kalibreringskurve. Av nylaget standardløsning (reagens 6) som inneholder 10 µg Fe/ml, utpipetteres henholdsvis 0, 1, 5, 10, 15, 20 ml som overføres til 100 ml målekolber og oppfylles med destillert vann til et totalvolum av 85 ml. Prøvene analyseres deretter som foreskrevet for bestemmelse av jern i salt. De avleste verdier tegnes opp på millimeterpapir med absorpsjonen som ordinat og µg Fe som abscisse.

Beregning

$$\text{Jerninnhold, ppm (= mg/kg)} = \frac{M_A}{W}, \text{ der}$$

M_A = Mengde Fe i µg som avleses av kalibreringskurven og som svarer til prøvens målte nettoabsorpsjon A.

W = Innveid mengde salt i gram.

Resultatet fra Fe-analysen beregnes med en desimal og gis i analysebeviset uten desimal. Er Fe-innholdet lavere enn 1 ppm, gis dette i analysebeviset slik: <1 ppm.

Henvisning

Snell, F.D. og Snell, C.T.: Colorimetric Methods of Analysis, 3. utgave, bind 2, 1949. D. van Nostrand Company, Inc., Toronto, New York, London.

Tilrådd av "Saltfiskutvalget", oppnevnt av Fiskeridirektøren 1969.