

KOPPER I FISKERISALT

Prinsipp

Cu omsettes med alkylditiokarbamat og dannet fargekompleks bestemmes spektrofotometrisk.

Reagenser

1. 0,1 % w/v dietylammoniumdietylditiokarbamat (Schuchardt, München) i karbontetraklorid. Reagentet oppbevares i kjøleskap.
2. 750 ml 0,1 N H_2SO_4 tilsatt 5 g Na-pyrofosfat ($Na_4P_2O_7$).
3. H_2O . Destillert vann redestillert i glassapparat.
4. Standard Cu-løsning. 0,393 g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ løses til 1 liter med 0,1 N H_2SO_4 . Denne løsningen inneholder 100 μg Cu/ml. Kort tid før bruk fortynnes løsningen videre med 0,1 N H_2SO_4 til en konsentrasjon på 1,0 μg Cu/ml.
5. Karbontetraklorid.

Alle reagenser skal være av pro analysi-kvalitet. Alle glassaker (skilletrakter, sentrifugeglass, filtertrakter, prøverør, kolber, reagensflasker) må renses omhyggelig med Cu-fri salpetersyre fortynnet i vann. Om nødvendig renses salpetersyren ved destillasjon.

Utførelse

75 ml reagens 2 overføres til 100 ml skilletrakt og renses ved 2 gangers utrusting a 5 minutter med reagens 1 a 5 ml i resiprokerende rystemaskin (slagvidde ca. 4 cm, frekvens ca. 300/minutt). Den organiske fase tappes fra og kastes. Alikvoter av saltprøven (5, 10 eller 20 g) overføres til den rensede løsning i skilletrakten, som videre tilsettes 5 ml reagens 1 og utrustes 8 minutter i rystemaskin. Den organiske fase filtreres gjennom filter (hvitbånd eller tilsvarende kvalitet). Ved eventuell emulsjondannelse sentrifugeres i 3 minutter før filtrering. Absorpsjoner avleses ved 436 nm mot blindprøve som har gjennomgått samme behandling.

For korreksjon på grunn av saltets eventuelle egenfarge utrustes vandig løsning av saltprøven (samme saltmengde som analyseprøven) med karbontetraklorid og ekstraktet avleses mot ren karbontetraklorid.

Kalibreringskurve

Porsjoner a 55 ml reagens 2 overføres til 6 100 ml skilletrakter, og det foretas rensing som beskrevet under "Utførelse". Av standardløsningen (reagens 4) som inneholder 1 µg Cu/ml = 1 ppm utmåles henholdsvis 0, 1,0, 5,0, 10,0, 15,0 og 20,0 ml som overføres til skilletraktene. Det fylles opp med vann til et totalvolum på 75 ml. Prøvene analyseres som foreskrevet, og de 5 prøver med tilsatt Cu avleses mot prøven uten tilsatt Cu. De avleste absorpsjoner tegnes opp på millimeterpapir som funksjon av totalt Cu-innhold i sluttløsningen (5 ml organisk fase). Kurven bør kontrolleres når nye reagenser tas i bruk. Ut fra kalibreringskurven beregnes Cu-innholdet i de prøver som analyseres.

Beregning

Kopperinnhold, ppm = $\frac{M_A}{W}$, der

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

W = Innveid mengde salt i gram.

Resultatet beregnes med to desimaler og gis i analysebeviset med en desimal. Lavere verdier enn 0,1 ppm angis i analysebeviset slik: <0,1 ppm.

Henvisning

Losnegard, N.: Bestemmelse av Cu i salt. Stensilert rapport nr. 110/68. Fiskeridirektoratets Kjemisk-Tekniske Forskningsinstitutt, Bergen, 1968.

Tilrådd av "Saltfiskutvalget", oppnevnt av Fiskeridirektøren 1969.