

KVIKKSØLV I FISK

Prinsipp

Prøvematerialet oppsluttes med en blanding av like deler svovelsyre og salpetersyre og med vanadiumpentoksyd som katalysator. Kvikksølvsaltene i oppsluttet prøve reduseres til metallisk kvikksølv, som med luftstrøm drives over i gasskyvette og måles ved hjelp av flammeløs atomabsorpsjon ved 253,7 nm.

Reagenser og løsninger

H_2SO_4 , p.a. Merck nr. 731.

HNO_3 (min. 65 %), p.a. Merck nr. 456.

V_2O_5 , "Baker Analyzed" reagent, nr. 1217.

H_2O_2 , 30 %, "Baker Analyzed" reagent nr. 7047.

$SnCl_2 \cdot 2H_2O$, p.a. Merck nr. 7815.

$(NH_2OH)_2 \cdot H_2SO_4$ (hydroksylaminsulfat), p.a. Merck nr. 4617.

NaCl, p.a. Merck nr. 6404.

$HgCl_2$ (sublimat), p.a. Merck nr. 4419.

Natronasbest, Merck nr. 1567.

1. Oppslutningsløsning. Kons. H_2SO_4 og kons. HNO_3 blandes i forholdet 1:1. Forsiktighet!
2. H_2SO_4 , 1 N.
3. Reduserende løsning. 50 ml kons. H_2SO_4 blandes med ca. 300 ml H_2O . Løsningen kjøles til romtemperatur og 15 g NaCl, 15 g hydroksylaminsulfat og 25 g $SnCl_2$ oppløses i den fortynnete syren. Det justeres med H_2O til 500 ml.
4. Fortynningsløsning. 300-500 H_2O overføres til en 1 liters flaske. Det tilsettes 58 ml HNO_3 og 67 ml H_2SO_4 og fortynnes til 1 liter med H_2O .
5. Katalysator. V_2O_5 (vanadiumpentoksyd).
6. Hg-standard-løsninger. $HgCl_2$ tørkes til konstant vekt (ca. 3 timer ved $100^\circ C$). Det utveies 0,1354 g, som løses i 1 N H_2SO_4 (2) til 100 ml. Dette gir en konsentrasjon på 1000 μg Hg/ml. Fra denne stamløsning lages en fortynnet standard Hg-løsning av konsentrasjon 1 μg Hg/ml. Til fortynningen brukes 1 N H_2SO_4 .

Apparatur

- a. Oppslutningsapparaturen består av en 250 ml enhalset rundkolbe med B 34/35 slip (Quickfit FR 250/55), påsatt en 40 cm lang kulekjøler med ca. 180 cm^2 kjøleareal (Quickfit CX 7/33).
- b. Varmeplater, Standard Heizer SV 3, Gerhardt, med trinnløs regulering.
- c. Kip-apparat (Quickfit) for tilsetning av 20 ml oppslutningsreagens.
- d. kokekuler.
- e. Gassvaskeflaske, 250 ml, med bobler av porøsitet G-0 (Pyrex).
- f. Tørkekomponent. En kolonne av lengde 8 cm og diameter på 2 cm fylles med natronasbest og monteres mellom gassvaskeflaske og gasskyvette. Fuktig natronasbest skiftes ut etter hver dag.
- g. Apparat for flammeløs atomabsorpsjon. Coleman Mercury Analyzer MAS-50, til registrering av kvikksølv.

Utførelse

Oppslutning. 5 g prøve, eventuelt 2,5 g ved spesielt feit prøve, innveies i 250 ml rundkolbe. Om nødvendig spyles kolbehalsen med inntil 5 ml H_2O . Det tilsettes kokekuler, 10-20 mg V_2O_5 og 20 ml oppslutningsreagens (1). Kolben koples umiddelbart til kjøler, og kjølevannet settes på. Innholdet blandes ved å la kolben rotere, og det kokes forsiktig i 6 minutter. Deretter kokes sterkt i ca. 10 minutter. Innimellom lar en kolben rotere. Bortsett fra eventuelle fettperler skal det ikke være synlige, faste partikler etter 4 minutters koking.

Varmeplaten slås av, kolben løftes og stilles på trådnett, og kjøleren spyles med 15 ml H_2O . 30 % H_2O_2 tilsettes gjennom kjøler, og det vaskes med 15 ml H_2O . Med kjøler fortsatt tilkopledd settes kolben i kaldt vann for nedkjøling til romtemperatur. Kolben koples fra, og slipene spyles med H_2O .

Oppsluttet løsning overføres kvantitativt til 100 ml målekolbe ved gjentatte spylinger med H_2O , og volumet justeres til 100 ml. Eventuelt størknet fett vil ikke påvirke resultatet.

Registrering. 25 ml oppsluttet, fortynnet prøve overføres til gassvaskeflasken og tilsettes 75 ml fortynningsløsning (4). Med bobleren frakoblet gassvaskeflasken og pumpen igang innstilles på henholdsvis 0 og 100 % transmisjon. Det velges skala, og pumpen slås av. 20 ml reduserende løsning (3) tilsettes, bobleren koples til umiddelbart, og det rystes i 20 sekunder. Pumpen slås på, og maksimum utslag noteres, vanligvis innen 1 minutt.

Standard Hg-kurve. I gassvaskeflasken utpipetteres i tur og orden henholdsvis 0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, 1,0 og 1,2 ml fortynnet standard Hg-løsning (1 µg/ml). Prøven tilsettes 100 ml fortynningsløsning (4). Videre tilsettes 20 ml reduksjonsløsning (3) og registrering foretas som beskrevet ovenfor.

Standardkurve lages ved å plotte de avleste verdier mot de respektive utmålte Hg-mengder.

Henvisning

J. AOAC 60 (2), 470-471, 1977.

Merknader

1. Originalmetoden foreskriver egentlig ikke bruk av natronasbest som tørkemiddel. I undersøkelsene som gikk forut for metodebeskrivelsen blir det imidlertid sagt at ved målinger i lavområdet kan det være nødvendig å bruke tørkemiddel. Etter Laboratoriets erfaring gir bruk av natronasbest større stabilitet under avlesningene.
2. Som rutine bør oppsluttes to parallellprøver, henholdsvis med og uten tilsats av kjent mengde kvikksølv.
3. Ved fettrike prøver er det viktig at varmen økes forsiktig, ellers vil det lett oppstå mørkfarging. Skulle prøven mørkfarges etter noen tids oppslutning, må det tilsettes ytterligere litt oppslutningsløsning.
4. Det kokes med tilbaketilbake under hele oppslutningen. For å oppnå tilstrekkelig høy temperatur (170°C) er det viktig at prøvene ikke tilføres mer vann enn strengt nødvendig.
5. Hvis det under registreringen ikke oppnås maksimalt utslag innen 2 minutters gjennombobling, kan årsaken være oksydert reduksjonsreagens.
6. Fortynnet Hg-standard bør stadig kontrolleres og eventuelt nylages.
7. All glassapparatatur bør vaskes omhyggelig og såvidt mulig kokes i fortynnet HNO₃ og skylles i aqua dest. før bruk.