

TOTALT FLYKTIG-, TRIMETYLAMIN-, AMMONIAKK- OG
TRIMETYLAMINOKSYD-NITROGEN I FISKEEKSTRAKTPrinsipp

Fiskeekstrakt destilleres med magnesiumoksyd. Et syreforlag oppfanger de flyktige aminene, og overskuddssyren bestemmes ved titrering med lut og med metylrødt som indikator. Prøven tilsettes deretter formalin, som binder $\text{NH}_3\text{-N}$, mens TMA-N bestemmes etter videre titrering med fenolftalein som indikator. TMAO-N bestemmes som TMA-N etter reduksjon med TiCl_3 i separat alikvot av fiskeekstraktet.

Reagenser

1. Brent MgO (magnesia)
2. 0,1 N HCl
3. HCl, fortynnet 1:1 for pH-justering
4. 0,1 N NaOH
5. 2 N NaOH
6. TiCl_3 -løsning. 15 % vandig løsning
7. Metylrødt-indikator. 0,02 % løst i 60 % etanol
8. Fenolftalein-indikator. 2 % løst i 80 % etanol
9. Formaldehyd. 30-40 % (formol, formalin)
10. Silikon-emulsjon som antiskum-middel

Utstyr

- a. Destillasjonsapparat, Wagner
- b. Destillasjonskolbe, 500 ml Erlenmeyer
- c. Forlagskolbe, 300 ml Erlenmeyer
- d. Bunsenbrenner
- e. Byrette, 50 ml
- f. Laboratoriejekk for senking/heving av forlag

Utførelse

100 g godt homogenisert fiskefarse suspenderes i 400 ml vann, og pH justeres til 5,2 ved dråpevis tilsetning av HCl, 1:1 og bruk av "Lyphan"-papir for kontroll. Blandingen varmes på vannbad til 70°C , og pH justeres påny til 5,2. Temperaturen holdes på 70°C i 5 minutter. Suspensjonen avkjøles og filtreres, filtrat = serum.

A. Bestemmelse av tot.fl.N, TMA-N og $\text{NH}_3\text{-N}$. 50 ml serum + 200 ml vann overføres til 500 ml erlenmeyerkolbe og tilsettes 0,5 g MgO + noen dråper antiskum-middel, og det foretas en rask sammenkopling av destillasjonskolbe, kjøler og syreforlag. Sistnevnte består

av 25 ml 0,1 N HCl i en 300 ml erlenmeyerkolbe. Brenneren settes på og reguleres slik at prøven kommer på kok etter 10-12 minutter. Kokeperioden avbrytes etter ytterligere 45 minutter.

Når forlaget er avkjølt, tilsettes 5 dråper metylrødt-løsning. Det titreres med 0,1 N NaOH til gult omslag, og forbruket avleses. Prøven tilsettes deretter 8 dråper fenolftalein-løsning og 15 ml formalin, som på forhånd er nøytralisert mot fenolftalein, og det titreres videre til svak rosa farge. Det totale forbruket avleses.

Blindprøve (uten serum) destilleres og titreres som angitt for prøve.

Differansen mellom blindprøvens og prøvens forbruk ved titrering uten formol gir grunnlag for beregning av totalt flyktig N.

Differansen mellom blindprøvens og prøvens totale forbruk ved titreringen (inkludert formoltitreringen) gir grunnlag for beregning av TMA-N.

B. Bestemmelse av TMAO-N. 50 ml serum overføres til 300 ml erlenmeyerkolbe og tilsettes 2,5 ml $TiCl_3$ -løsning, henstand i 10 minutter med rysting innimellom. Det tilsettes 200 ml vann + 9 ml 2 N NaOH + 0,5 g MgO + 2 dråper antiskum-middel. Destillasjon og titrering utføres som angitt under A. Differansen mellom den ureduerte og den reduserte prøves totale titrerforbruk gir grunnlag for beregning av TMAO-N.

Beregning

I nedenstående formler er nyttet følgende symboler:

V_1 = blindprøvens titrerforbruk før formoltitreringen, ml

V_2 = prøvens titrerforbruk før formoltitreringen, ml

V_3 = blindprøvens titrerforbruk medregnet formoltitreringen, ml

V_4 = prøvens titrerforbruk medregnet formoltitreringen, ml

V_5 = den $TiCl_3$ -reduserte prøves titrerforbruk medregnet formoltitrering, ml

f = faktor for 0,1 N NaOH

$$\text{Totalt flyktig N, mg/100g} = 14 f (V_1 - V_2)$$

$$\text{Trimetylamin-N, mg/100g} = 14 f (V_3 - V_4)$$

$$\text{Ammoniakk-N, mg/100g} = \text{Tot.fl.N} - \text{TMA-N}$$

$$\text{Trimetylaminoksyd-N, mg/100g} = 14 f (V_4 - V_5)$$

Formlene er gyldige når innveining, fortytning og prøvealiquot er som angitt. Ved utregning av resultat er det forutsatt at 100 g farse og 400 ml vann gir 500 ml løsning.

Det tas alltid paralleller, og resultatet angis med en desimal.

Henvisning

Hjorth-Hansen, S. og Bakken, K.: Undersøkelser over analysemetoder for ammoniakk og metylaminer i fisk. Fiskeridirektoratets Skrifter, vol. I, nr. 6, 1947.