

## KLORIDINNHOLD I FISK OG FISKEPRODUKTER

Prinsipp

Kloridene i en oppsluttet prøve felles med overskudd av sølvnitrat og titreres tilbake med ammoniumrodanid med ferri-joner som indikator. (Volhard modifisert metode).

Reagenser

1. 0,1 N  $\text{AgNO}_3$ . 17 g sølvnitrat løses til en liter med vann, oppbevares på mørk flaske.
2. 0,1 N  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . 8 g ammoniumrodanid løses til en liter med vann.
3. Indikator. Ferriammoniumsulfat,  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ , 35 g løses i 100 ml vann, tilsettes dråpevis ca. 10 ml konsentrert salpetersyre til fargen på løsningen slår om til gult.
4. NaCl. Natriumklorid p.a. glødes i 1 time ved  $400^\circ\text{C}$ , avkjøles i eksikator. Avveide mengder brukes under innstillingen av sølvnitrat- og rodanid-oppløsningen.
5. Salpetersyre, konsentrert.

Apparatur

- a. Erlenmeyerkolber, 250 og 500 ml
- b. Målekolber, 500 ml
- c. Trakter, filterpapir
- d. Byrette, 25 ml, 0,1 ml gradering
- e. Magnetrorer

Innstillinger

Sølvnitrat mot natriumklorid. 3 porsjoner a 20 mg NaCl avveies nøyaktig i erlenmeyerkolber og løses i 25 ml vann. Det tilsettes 10 ml sølvnitratløsning (1) og 5 ml salpetersyre (5) til hver kolbe. Kloridene felles som et hvitt bunnfall av sølvklorid. Prøvene varmes over gassbluss til bunnfallet klumper seg.

Etter avkjøling titreres overskudd av sølvnitrat med ammoniumrodanid (2), med 1 ml ferriammoniumsulfat som indikator (3), til svak rødbrun farge som ikke forsvinner ved kraftig rysting.

Ammoniumrodanid mot sølvnitrat. 10 ml porsjoner av sølvnitratløsningen fortynnes med 25 ml vann og tilsettes 1 ml indikatorløsning, hvorpå titreres med ammoniumrodanidløsning til rødbrunt omslag.

$$\text{Sølvnitratløsningens faktor} = f_1 = \frac{W \cdot 10000}{58,45 (V_1 - V_2 \cdot \frac{V_3}{V_4})}, \text{ der}$$

W = Innveid mengde NaCl, gram

V<sub>1</sub> = Tilsatt mengde 0,1 N AgNO<sub>3</sub>, ml

V<sub>2</sub> = Forbruk 0,1 N NH<sub>4</sub>SCN til retitreringen, ml

V<sub>3</sub> = Utpipetert mengde 0,1 N sølvnitratløsning, ml

V<sub>4</sub> = Forbruk 0,1 N NH<sub>4</sub>SCN ved titreringen av AgNO<sub>3</sub>, ml

$$\text{Ammoniumrodanidløsningens faktor} = f_2 = f_1 \cdot \frac{V_3}{V_4}$$

### Utførelse

Fisk og fiskefarse, våtfør, etc. 10 g malt, godt blandet prøve innveies i 250 ml erlenmeyerkolbe, tilsettes et nøyaktig avmålt volum 0,1 N sølvnitrat (1) i overskudd (f.eks. vil 10 g prøve med et innhold på 1 % salt forbruke omtrent 17 ml 0,1 N sølvnitrat). Deretter tilsettes 25 ml konsentrert salpetersyre (5), og det kokes forsiktig til alt organisk vev er oppløst. Kokingen foretas på stinkrom i avtrekk. Etter avkjøling filtreres over i ny erlenmeyerkolbe. Filteret vaskes 2 ganger med destillert vann.

Filtratet tilsettes 1 ml ferriammoniumsulfat-indikator (3), og uforbrukt sølvnitrat retitreres med rodanidløsning (2).

Mel, klippfisk, tørrfisk, etc. 5 g blandet, eventuelt malt prøve, innveies i 500 ml målekolbe, tilsettes 300 ml destillert vann og rystes ½ time i rysteapparat (eventuelt henstand natten over). Det fylles til merket og filtreres. Stilles strengt krav til nøyaktighet, må prøven forkulles før overføring til 500 ml kolben.

En prøvealiquot på 10-50 ml, avhengig av saltinnholdet, tilsettes 10 ml 0,1 N AgNO<sub>3</sub> og 5 ml konsentrert salpetersyre i 250 ml erlenmeyerkolbe. Kolben varmes opp til bunnfallet danner klumper og samler seg. Etter avkjøling tilsettes indikator og titreres som tidligere beskrevet.

Lake, konserveringsvæske, etc. Er laken uklar og grumset, filtreres den etter å ha fått et raskt oppkok. Eventuelt fett fjernes ved sentrifugering av den varme prøven.

Ellers utføres analysen som tidligere beskrevet med tilsetning av 0,1 N AgNO<sub>3</sub> i overskudd, 5 ml konsentrert salpetersyre, osv.

Beregning

1 ml 0,1 N AgNO<sub>3</sub> tilsvarer 0,005845 g NaCl.

$$\text{NaCl, g/100g} = \frac{(V_1 \cdot f_1 - V_2 \cdot f_2) 0,005845}{W \cdot C} \cdot 100$$

V<sub>1</sub> = Mengde 0,1 N AgNO<sub>3</sub> tilsatt, ml

V<sub>2</sub> = Mengde 0,1 N NH<sub>4</sub>SCN forbrukt til retitreringen, ml

W = Vekt av prøve, gram

C = Forholdet mellom titrert prøvemengde og innveid prøvemengde

f<sub>1</sub> = Faktor for 0,1 N AgNO<sub>3</sub>

f<sub>2</sub> = Faktor for 0,1 N NH<sub>4</sub>SCN

Henvisning

Nordisk Metodik-Komite for levnedsmidler. Nr. 89 - 1974.