

PROTEIN, RÅ-

Prinsipp

Prøven behandles med konsentrert svovelsyre og en katalysatorblending. Man får da omdannet nitrogenet til ammoniumsulfat. Ammoniakk frigjøres ved tilsetning av natriumhydroksyd og destilleres over i et forlag med borsyre. Den mengde ammoniakk som er bundet til borsyren bestemmes ved titrering med saltsyre etter tilsetning av indikator. Proteininnholdet beregnes ved å multiplisere funnet nitrogen med faktoren 6,25.

Reagenser

1. H_2SO_4 p.a.
2. Kjeltabs. C ($K_2SO_4 + CuSO_4$) som katalysator
3. NaOH 30 %-ig. 150 g natriumhydroksyd løses i 350 ml destillert vann. Løsningen oppbevares i flaske med gummikork.
4. H_3BO_3 , 2 %-ig. 10 g borsyre løses i 500 ml kokende, destillert vann. Etter kjøling overføres løsningen til flaske med glasspropp.
5. Indikator. 0,1 % bromkresolgrønn og 0,1 % metylrød i 96 % etylalkohol lages hver for seg. Bromkresolgrønn- og metylrød-løsningene blandes i forholdet 5:1.
6. HCl, 0,01 N. 0,1 N HCl fortynnes med destillert vann i forholdet 1:10.
7. Standard $(NH_4)_2SO_4$, 0,01 N. 0,6607 g løses til 1 liter med destillert vann. 5 ml standard inneholder 0,7 mg N.

Apparatur

- a. Analysevekt
- b. Kjeldamat oppslutningsenhet, C. Gerhardt, Tyskland
- c. Reagensglass 200 x 30 mm, Duran G 50.
- d. Destillasjonsapparat, Parnas Wagner
- e. 500 ml målekolber
- f. 50 ml Pyrex Erlenmeyer-kolber
- g. Pipetter
- h. Byrette
- i. Veiepapir, Schleicher & Schüll, nr. 609.

Utførelse

Oppslutning. 2 g farse eller 0,7 g mel innveies på veiepapir og overføres sammen med veiepapiret til reagensglass (Duran G 50). Det tilsettes 20 ml kons. H_2SO_4 og 2 stk. "Kjeltabs. C", og reagensrørene plasseres i oppslutningsblokken. Temperaturen stilles på $370^{\circ}C$ og tidsuret på 4 timer.

Etter oppslutning og avkjøling overføres innholdet umiddelbart til en 500 ml målekolbe, som fylles til merket med destillert H_2O .

Destillasjon. En 5 ml alikvot tas ut og overføres til et Parnas Wagner destillasjonsapparat. Det tilsettes 8 ml 30 %-ig NaOH-oppløsning og destilleres over i et forlag som inneholder 5 ml H_3BO_3 samt 4 dråper indikator. Forlaget skifter farge fra blålig purpur til blå-grønt når det kommer i kontakt med ammoniakk. Omslaget kommer vanligvis når første dråpe kondensat renner ned i Erlenmeyerkolben. Et minutt etter at borsyren har forandret farge senkes kolben slik at kjølespissen står ca. 1 cm over overflaten. Destillasjonen fortsettes i ca. 1 minutt, brenneren tas bort og kjølespissen spyles med litt destillert H_2O .

Prøven titreres mot 0,01 N HCl til den blå fargen forsvinner. Det må fra tid til annen utføres blindverdi-bestemmelser, og det tas alltid paralleller. 5 ml standard 0,01 N $(NH_4)_2SO_4$ destilleres og titreres på tilsvarende måte.

Beregning:

$$\text{Protein, g/100g} = \frac{0,7 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 6,25 (V_P - V_B)}{5 \cdot 1000 \cdot V_S \cdot W} = \frac{43,75 (V_P - V_B)}{V_S \cdot W}, \text{ der}$$

V_P = Prøvens titrerforbruk, ml

V_B = Blindprøvens titrerforbruk, ml

V_S = Titrerforbruk til 5 ml standardløsning, ml

W = Innveid mengde prøve, gram

Merknader

Prøven bør snarest mulig etter oppslutning og avkjøling overføres til 500 ml målekolbe. Henstand ved værelsestemperatur kan føre til utfelling av krystaller som kan være vanskelig å få løst igjen. Ved overføring til målekolbe bør en bruke vernebriller, gummihandsker og plastforkle.

Henvisning

Kolfthoff, I.M. og Sandell, E.B.: Textbook of quantitative Inorganic
Analyses, 3. udgave, side 538, 1963.

Ma, T.S. og Zuazaga, G.: Industrial and Engineering Chemistry,
vol. 14, nr. 3, side 280, 1942.