МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА СССР

ОБЪЕДИНЕНИЕ "СОЮЗСЕЛЬХОЗХИМИЯ"

РУКОВОДСТВО ПО АНАЛИЗАМ КОРМОВ

Москва "Колос" 1982

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА СССР

ОБЪЕДИНЕНИЕ "СОЮЗСЕЛЬХОЗХИМИЯ"

РУКОВОДСТВО ПО АНАЛИЗАМ КОРМОВ

Москва "Колос" 1982

УДК 636.085./.087

Предлагаемое руководство является переработанным и дополненным вариантом "Инструкции для лабораторий Государственной агрохимической службы по анализам кормов", изданной в 1978 г.

Руководство подготовили сотрудники ЦИНАО: кандидат сельскохозяйственных наук *Д. И. Марков*, кандидат сельскохозяйственных наук *И. С. Шумилин*, *Г. И. Горшкова*, кандидат химических наук *Е. Н. Ефремов*, кандидат биологических наук *Ю. М. Логинов*, кандидат сельскохозяйственных наук *А. П. Фесюн*, кандидат биологических наук *В. П. Максимова*, кандидат сельскохозяйственных наук *К. А. Карпова*, кандидат биологических наук *В. Т. Фирсов*, кандидат сельскохозяйственных наук *В. Г. Прижукова*, *А. С. Ирбичин*.

Редакционная коллегия

Л. М. Державин (отв. редактор), *Н. Д. Бунто*, *Н. М. Глунцов*, *Н. Н. Михайлов*, *С. Г. Самохвалов*, *А. Ф. Хлыстова*, *О. В. Шумова*, *Ш. И. Литвак*, *М. А. Флоринский*.

РУКОВОДСТВО ПО АНАЛИЗАМ КОРМОВ

Редактор Н. С. Ковалев
Технический редактор Т. Э. Прушинская
Корректор В. А. Лебедева

Сдано в набор 06.02.82. Подписано к печати 19.03.82.
Т 02979 Формат 84 X 108 $^{1}/_{32}$. Бумага типографская № 1
Набор машинописный. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 3,78. Уч. изд. л. 4,26. Усл. кр.-отт. 3,99. Тираж 5 000 экз.
Заказ № 2321 Бесплатно.

Ордена Трудового Красного Знамени издательство "Колос"
107807, ГСП, Москва, Б-53, Садовая-Спасская, 18.

г. Калинин. Областная типография.

© Министерство сельского хозяйства СССР, 1982

ВВЕДЕНИЕ

За последнее десятилетие в ЦИНАО и его филиалах, а также в лабораториях научно-исследовательских институтов интенсивно проводилась работа по усовершенствованию существующих и разработке новых методов анализа кормов.

В настоящем руководстве изложены способы отбора проб кормов вручную и с помощью механических пробоотборников. Эти способы позволят более точно и своевременно отбирать пробы силоса, сенажа и других кормов.

В руководстве приведены уточненные методы определения первоначальной и гигроскопической влажности, которые дают возможность несколько сократить время проведения анализов.

Определение азота, фосфора и калия из одной навески нашло широкое применение в практике зональных агрохимических лабораторий. В настоящем руководстве эти анализы рекомендуется проводить после мокрого озоления пробы: азот – колориметрическим индофенольным методом, фосфор – ванадомолибдатным методом, калий и кальций – пламенно-фотометрическим методом. Для определения азота в кормах предлагается использовать и метод Кьельдаля. Определение сырого жира рекомендуется проводить по усовершенствованному ЦИНАО методу Рушковского, т. е. экстрагировать липоиды подогретым бензином на установке ЭЖ-101. Определение содержания сырой клетчатки рекомендуется проводить по усовершенствованному ЦИНАО методу Геннеберга и Штомана, который позволяет сократить время анализа на 50 мин и сохранить структуру этого сложного вещества, а также точно определить количество его в корме.

В руководстве приводятся методы анализа минеральных кормовых добавок, некоторые из них апробированы и усовершенствованы в ЦИНАО.

Применение этих методов стало необходимым для агрохимических лабораторий в связи со все более широким использованием в животноводстве амидоконцентратных добавок, минеральных подкормок и т. п., контроль которых является основой правильного их применения.

При проведении анализов кормов, на которые имеются

ГОСТ, в случаях, связанных с разрешением разногласий, необходимо использовать методы, указанные в этих ГОСТ.

ОТБОР ПРОБ КОРМОВ

Одним из основных условий получения достоверных данных о химическом составе и питательности кормов является своевременный и качественный отбор проб на анализ.

В этом разделе изложены усовершенствованные способы отбора проб некоторых видов кормов и для ряда кормов приведены прописи, основанные на существующих ГОСТ.

Общие требования к отбору проб кормов

В зависимости от назначения отобранной от партии корма массы пробы подразделяют на разовые, общие и средние.

Разовая проба – количество корма, взятое одновременно из одного места до требуемой глубины залегания всей массы.

Общая проба – количество корма, составленное из разовых проб, взятых из разных точек хранилища, скирды, вагона и т. д.

Средняя проба отбирается из общей пробы после тщательного перемешивания.

Для небольших партий корма общая проба одновременно является и средней пробой.

Каждая средняя проба должна представлять однородную партию корма. При определении однородности партии учитываются: однородность площади сбора, технология заготовки, культура или смесь культур, условия и сроки хранения и транспортировки.

Среднюю пробу сопровождают этикеткой, в которую заносят сведения, необходимые для заполнения учетной карточки химического состава и питательности корма. К пробам комбикормов и других кормов промышленного производства прилагается копия качественного удостоверения.

Отбор проб кормов на анализ проводят специалисты агрохимических лабораторий, опытных станций и других сельскохозяйственных научно-исследовательских учреждений. При проверке качества кормов, заготовленных колхозами и совхозами, отбор проб могут проводить специалисты хозяйств после соответствующего инструктажа.

При возникновении разногласий в оценке качества корма по признакам затхлости, плесневелости, гнилостности и другим признакам пробу отбирает комиссия, назначенная дирекцией совхоза или правлением колхоза, и направляет на заключение в ветеринарные лаборатории.

Отбор и доставка проб кормов в лаборатории осуществляются в сроки согласно графику, утвержденному областным, краевым управлением сельского хозяйства, министерством сельского хозяйства автономной республики.

Сено

На основании ГОСТ 4808–75

Разовые пробы из непрессованного сена отбирают вручную или пробоотборником не менее чем из 8 различных мест партии по 200–250 г с каждого места.

От партии прессованного сена массой до 15 т для отбора разовых проб выделяют не менее 5 тюков; от партии массой от 15 до 50 т – 15 тюков. Разовые пробы прессованного сена отбирают от каждого выделенного тюка. Для этого с тюка снимают проволоку или шпагат и, не нарушая целостности сена, отбирают из каждого тюка по одному пласту: из первого тюка – пласт с края, из второго – рядом с крайним, из третьего – следующий пласт и т. д.

Для составления общей пробы отобранные разовые пробы раскладывают на брезенте размером 2 × 2 м и осторожно перемешивают.

Из общей пробы сена отбирают среднюю пробу для анализа массой около 0,5 кг. Для этого не менее чем из 10 различных мест отбирают пучки сена массой 90–100 г таким образом, чтобы осыпавшиеся части растений также были включены в пробу. После отбора среднюю пробу заворачивают в плотную бумагу.

Аналогично отбирают пробы соломы.

Зеленые корма

Пробы зеленого корма отбирают в основном в период скармливания его животным или при скашивании на сено, сенаж и т. п.

На каждом однотипном участке разбивают 10 делянок размером 1 м^2. Для отбора проб используют косу или серп. Пробы травы берут в сухую погоду, после росы и до захода солнца. Траву скашивают на высоте около 5 см. Разовые пробы из прокосов каждой делянки выбирают горстями не менее чем из 10 мест. Из полученной массы общей пробы после тщательного перемешивания отбирают среднюю пробу и тут же взвешивают в сыром состоянии и упаковывают в полиэтиленовые пакеты.

При необходимости остановить ферментативные процессы (для анализа на углеводы) пробу травы нужно зафиксировать

в сушильном шкафу не позднее 4 ч после отбора при температуре 80–90°С в течение 30 мин.

Силос, сенаж

Отбор проб силоса и сенажа проводят спустя 1–2 месяца после закладки, т. е. после окончания процесса консервации.

Пробы отбирают вручную с использованием лопат, вил, резаков или специальных пробоотборников. Отбор проб вручную проводят после вскрытия хранилища в начале скармливания этих кормов, а с помощью пробоотборника – перед началом скармливания.

Рекомендуемые пробоотборники:

а) механический пробоотборник с бензиновым двигателем конструкции ЦИНАО ПС-1;

б) пробоотборник с электрическим приводом конструкции НПО "Агроприбор" ПСЭ-1;

в) ручной пробоотборник конструкции Ленинградской областной агрохимической лаборатории.

Разрешается применять пробоотборники других конструкций, прошедшие испытания и обеспечивающие качественное выполнение этих работ.

Первичные пробы отбирают на глубине, которую позволяет достичь длина рабочего стакана пробоотборника, или на всей глубине слоя законсервированной массы.

При составлении средней пробы рассчитывают необходимое количество точек отбора, исходя из соотношения: одна разовая проба от каждых 400 т корма. Точки отбора разовых проб располагают по средней линии поверхности хранилища или по диагонали на равном расстоянии друг от друга.

В сооружении, содержащем до 400 т массы, отбирают из одной точки в центре одну разовую пробу, которая принимается за среднюю.

В траншеях с открытыми торцовыми сторонами точки отбора разовых проб должны находиться не ближе 1 м от боковых стен и 3–6 м от торцовых сторон сооружений, в зависимости от крутизны подъема заложенной массы от основания до верхнего уровня. При отборе проб из ям или траншей с боковыми и торцовыми стенами точки отбора располагают на расстоянии не менее 1 м от краев. Из курганов и буртов пробы отбирают в точках, удаленных от их краев на такое расстояние, которое обеспечивает отбор проб с требуемой глубины.

Верхние слои силоса и сенажа, резко отличающиеся от основной массы по цвету, в пробу не включают.

Если в разных частях сооружения заложено несколько видов силосуемой массы, то берется соответствующее количество средних проб. В этом случае пробы каждой части анализируются отдельно как самостоятельные средние пробы.

Отобранные разовые пробы силоса или сенажа помещают на пленку или брезент и составляют общую пробу. Затем после быстрого и тщательного перемешивания отбирают среднюю пробу около 1 кг. Среднюю пробу помещают в полиэтиленовый пакет из толстой пленки или в стеклянную банку с притертой пробкой и, если необходимо, консервируют смесью хлороформа с толуолом (1 : 1) из расчета 5 мл смеси на 1 кг корма. Консервант вносят равными частями на дно емкости, в середину и сверху массы. Пакеты завязывают шпагатом, предварительно вытеснив воздух путем сдавливания заполненной части пакета, а пробы в банках тщательно уплотняют.

ЗЕРНО И КУКУРУЗА В ПОЧАТКАХ

На основании ГОСТ 10939–64

Отбор проб зерна. Разовые пробы зерна, хранящегося в складах насыпью высотой до 1,5 м, отбирают вагонным щупом; при бóльшей высоте насыпи зерна – щупом с навинчивающимися штангами.

Перед отбором проб поверхность насыпи в складе условно разделяют на секции площадью примерно 100 м^2 каждая. Общая масса проб должна составлять около 2 кг на каждую такую секцию.

В каждой секции пробы отбирают в пяти точках поверхности насыпи зерна: в четырех углах на расстоянии примерно 1 м от границ секции и в центре секции. В каждой из пяти точек пробы отбирают: из верхнего слоя – на глубине 10–15 см от поверхности насыпи, из среднего и нижнего слоев – у самого пола.

Разовые пробы из силосов элеватора или закромов, а также при погрузке (разгрузке) автомашин, вагонов и судов отбирают в процессе выпуска зерна согласно правилам отбора проб из струи перемещаемого зерна.

Для арбитражных анализов пробы отбирают только из струи при перемещении всего зерна из одного силоса в другой.

Пробы из падающей струи перемещаемого зерна отбирают механическим пробоотборником или специальным ковшом путем пересечения струи зерна через равные промежутки времени. Промежутки времени устанавливают в зависимости от быстроты перемещения зерна, но с таким расчетом, чтобы

общая масса отобранных проб составляла не менее 0,1 кг на каждую тонну перемещаемого зерна.

Разовые пробы зерна из автомашин отбирают щупом в четырех точках кузова с поверхности и дна или по всей глубине насыпи в зависимости от конструкции щупа на расстоянии 0,5 м от бортов. Общая проба должна иметь массу около 1 кг.

В двухосных вагонах пробы отбирают щупом в пяти точках поверхности насыпи зерна: в четырех углах вагона на расстоянии 50–75 см от стенок и в центре вагона.

В четырехосных вагонах пробы отбирают в одиннадцати точках поверхности насыпи зерна.

В каждой из указанных точек пробы отбирают из трех слоев в насыпи: из верхнего – на глубине до 10 см, из среднего – на глубине, равной половине высоты насыпи зерна, из нижнего – у пола вагона.

Масса общей пробы зерна при загрузке или разгрузке двухосного вагона должна быть около 2 кг, а четырехосного – около 4,5 кг.

Разовые пробы от партии затаренного зерна отбирают щупом из вскрытых мешков в трех местах: вверху, в середине и внизу. Из зашитых мешков разовые пробы отбирают из одного угла зерновым мешочным щупом. Щуп вводят снизу вверх к центру мешка желобком вниз, затем поворачивают его на 180° и вынимают.

Число мешков, из которых должны быть отобраны пробы, определяют в зависимости от величины партии, как указано в таблице 1.

Таблица 1

Число мешков в партии	Число мешков, из которых отбирают разовые пробы
До 10 включительно	Каждый второй мешок
Свыше 10 до 100 включительно	5 мешков + 5 % от числа мешков в партии
Свыше 100	10 мешков + 5 % от числа мешков в партии

Разовые пробы, отобранные от каждой партии зерна, осматривают и сравнивают. При однородности зерна все пробы ссыпают в чистую крепкую, не зараженную вредителями тару. Совокупность этих проб составляет общую пробу. Если при сравнении разовых проб будет обнаружено явное различие между ними, то каждую однородную часть считают за отдельную партию

зерна и на каждую из них составляют отдельную среднюю пробу. Общая проба массой до 2 кг принимается за среднюю пробу.

Проба, если ее общая масса превышает 2 кг, должна быть трижды тщательно перемешана с помощью делителя, а при отсутствии делителя – вручную с помощью планок со скошенным ребром. Для этого общую пробу высыпают на стол с гладкой поверхностью, распределяют зерно в виде квадрата и смешивают его при помощи двух коротких деревянных планок со скошенным ребром. Смешивание проводят так, чтобы зерно, захваченное с противоположных сторон квадрата на планки в правой и левой руке, ссыпалось на середину одновременно, образуя после нескольких перемешиваний валик; затем зерно захватывают с концов валика и одновременно с обеих планок ссыпают на середину. После трехкратного перемешивания валик зерна снова распределяют ровным слоем в виде квадрата и при помощи планки делят по диагоналям на четыре треугольника. Два противоположных треугольника удаляют, а зерно из двух оставшихся собирают вместе, перемешивают, как указано выше, и вновь делят на четыре треугольника, из которых два идут для последующего деления. В результате такого деления и перемешивания получают пробу массой 1 кг.

Отбор проб кукурузы в початках. Из складов, навесов, сапеток, бунтов пробы отбирают следующим образом: поверхность насыпи условно разделяют на секции площадью примерно 100 м^2 каждая.

В каждой секции насыпи пробы отбирают в трех точках: расположенной в складах и навесах – по диагонали, а в сапетках и бунтах – по центру. В каждой точке пробы отбирают в двух слоях на глубине 10 см и 1 м по 16–17 любых рядом лежащих початков. Всего в каждой секции должно быть отобрано 100 початков.

Крайние точки отбора проб должны находиться в складах и навесах на расстоянии 3 м от стен, а в сапетках – на расстоянии 0,75 м. Отобранные разовые пробы объединяют и составляют общую пробу, из которой отбирают среднюю пробу после смешивания и квартования.

Разовые пробы кукурузы в початках из автомашин отбирают из насыпи в двух точках, расположенных по продольной осевой линии на расстоянии 0,5–0,7 м от переднего и заднего бортов кузова.

В каждой точке на глубине примерно 10 см отбирают по пять любых лежащих рядом початков.

Из вагонов пробы кукурузы в початках отбирают, как

правило, при погрузке или выгрузке: в каждом вагоне отбирают 20 проб, по 5 лежащих рядом початков через равные промежутки времени на протяжении всей погрузки-выгрузки. Всего из каждого вагона отбирают 100 початков.

Комбикорма, травяная мука, мука из древесной зелени, отруби, мучки, сечки, шроты, мука кормовая, дрожжи кормовые (рассыпные, брикетированные, гранулированные)

На основании ГОСТ 13496.0–80

В складах пробы отбирают вагонным или амбарным щупом. Перед отбором проб поверхность насыпи условно делят на квадраты площадью 4–5 м^2 каждый. Пробы отбирают в центре каждого квадрата: при высоте насыпи до 0,75 м – из двух слоев (верхнего и нижнего); при высоте насыпи выше 0,75 м – из трех слоев (верхнего, среднего, нижнего).

Пробы из грузовых машин, возов и небольших насыпей в складах и амбарах отбирают щупом с укороченной ручкой и широким укороченным конусом из пяти различных мест по схеме конверта на расстоянии 0,5 м от бортов по всей глубине насыпи.

При погрузке корма в автомашину, вагон, на пароход, баржу из складов напольного хранения и складов силосного типа пробы отбирают из падающей струи, с транспортерных лент или в других местах перепада корма путем пересечения струи корма железным ковшом через каждые 15 мин до получения общей пробы массой около 2 кг.

Из глубоких силосов (свыше 3 м) пробы отбирают при перемещении партии корма в другой силос.

Пробы рассыпного корма из зашитых мешков отбирают мешочным щупом из верхней и нижней частей мешка. Место введения щупа в мешок должно быть предварительно очищено мягкой щеткой. Щуп вводят желобком вниз, затем поворачивают на 180° и выводят наружу.

После отбора пробы отверстие в ткани мешка необходимо затянуть при помощи щупа.

Число мешков, из которых берут пробы, должно составлять 5 % от партии; если она небольшая, то пробы берутся не менее чем из трех мешков.

Общая масса проб, отобранных от партии рассыпного корма, должна быть около 4 кг; из этих проб после смешивания и квартования отбирают среднюю пробу массой около 0,5 кг.

Жмыхи

Перед отбором проб шнекпрессованных жмыхов при хранении насыпью на площадках или в амбарах поверхность насыпи условно делят на секции площадью 1 м^2. Разовые пробы отбирают из секций, расположенных в шахматном порядке, с поверхности и глубины 0,25 и 0,75 м по 1,5 кг из каждой секции.

Для составления средней пробы жмыхов, упакованных в мешки, отбирают разовые пробы массой около 0,5 кг из каждого десятого мешка.

Отбор проб при погрузке и выгрузке вагонов проводят автоматическим пробоотборником из расчета 0,25 кг на каждую тонну продукции, но не менее 2 кг от партии. Также пробы отбираются и ручным способом путем пересечения потока по всей ширине в месте его свободного падения через равные промежутки времени не менее 10 раз.

После осмотра все пробы жмыха тщательно перемешивают и получают общую пробу. Общую пробу раскладывают в виде квадрата слоем 10 см. Далее получают среднюю пробу массой 1 кг так же, как среднюю пробу зерна.

Непищевые рыбопродукты и продукты переработки морских млекопитающих (рыбная кормовая мука, жир рыбий и морского зверя)

На основании ГОСТ 7631–55

При отборе проб рыбы, рыбных продуктов или продуктов переработки морского зверя после осмотра и проверки состояния тары и маркировки из предъявленной партии отбирают для вскрытия до 5 % всех мест партии (бутыли, бидоны, мешки).

В том случае, когда по качеству корм неоднороден, рекомендуется отобрать для вскрытия большее число мест партии.

Разовые пробы рыбьего жира и жира морского зверя, отбираемые после предварительного перемешивания из упаковочной тары сифоном или стеклянной трубкой, составляют 1 л. Из железнодорожных цистерн пробы отбирают следующим образом: на нагнетательной трубе насоса устанавливают пробоотборочный кран диаметром до 12,5 мм, при помощи которого часть струи жира отводят в сухой бачок. Отбор пробы проводят в течение всего времени разгрузки цистерны. Общую пробу тщательно перемешивают взбалтыванием и часть ее отливают в сухую чистую склянку вместимостью 250 г с хорошо пригнанной корковой или притертой пробкой.

Картофель

На основании ГОСТ 7194–54

От партии картофеля, хранящегося в закромах, буртах, траншеях, среднюю пробу массой около 2 кг отбирают в каждом виде хранилищ.

В однородных по качеству партиях допускается отбор средней пробы от части закромов, но не менее чем от каждого третьего закрома.

При поступлении или хранении партии картофеля без тары отдельные разовые пробы берут по всей ширине и длине насыпи, а также из верхнего, среднего и нижнего слоев через равные расстояния. Число разовых проб, отбираемых в поступившей партии, зависит от ее общей массы и определяется, как указано в таблице 2.

Таблица 2

Общая масса поступившей партии	Число разовых проб
Кузов автомашины, тракторной тележки и партия до 5 т	5
Двухосный вагон и партия до 20 т	10
Четырехосный вагон и партия от 20 до 60 т	16
Баржа и партия от 60 до 150 т	24
Баржа и партия свыше 150 т	На каждые (полные и неполные) следующие 50 т берут дополнительно 5 разовых проб

При поступлении или хранении картофеля в таре число упаковочных мест, где отбирают пробы, определяется в зависимости от общей массы партии, как указано в таблице 3.

Таблица 3

Число единиц упаковки в партии	Число единиц упаковки, отбираемых для взятия проб	Число разовых проб от каждой единицы упаковки
До 20	Не менее 3	1
От 20 до 50	" " 5	1
От 50 и выше	На каждые (полные и неполные) следующие 50 единиц выделяют одну единицу упаковки	1

При поступлении или хранении картофеля в контейнерах (270 кг и более) число упаковочных мест, выделяемых для отбора проб, определяется в зависимости от общей массы партии так, как указано в таблице 4.

Таблица 4

Число упаковочных мест в партии	Число выделенных мест для отбора проб	Число разовых проб от каждой единицы
До 20	Не менее 3	Не менее 3
От 20 до 50	" " 7	" " 3
От 50 и выше	На каждые (полные и неполные) следующие 50 единиц дополнительно выделяют 1 контейнер	" " 3

Корнеплоды

Пробы корнеплодов отбирают из вскрытых буртов, автомашин и т. п.

Для этого из разных мест произвольно берут 100 корней, очищают от земли (не моют) и сортируют по величине на 3 группы: крупные, средние и мелкие. Каждую группу взвешивают отдельно.

Пример:

крупные корни – 28 кг
средние – 40 "
мелкие – 20 "

Всего 88 кг

Это будет масса общей пробы.

Поскольку средняя проба для лабораторного исследования составляет около 2 кг, то массу каждой группы надо пропорционально уменьшить, сохранив их соотношение. В данном примере 2 кг в 44 раза меньше 88 кг. Следовательно, для составления средней пробы надо взять:

28 : 44 – 0,6 кг крупных корней
40 : 44 – 0,9 " средних "
20 : 44 – 0,5 " мелких "

Всего 2 кг

Водянистые корма

Перед взятием пробы всю массу тщательно перемешивают. Отбор разовых проб из разных мест и с разной глубины осу-

ществляют с помощью специального пробоотборника водянистых кормов ПВК-1 конструкции НПО "Агроприбор" или другим приспособлением, позволяющим отобрать пробы из разных слоев.

Полученные пробы сливают в одну банку и получают общую пробу. Величину этой пробы определяют с учетом того, что масса средней пробы в воздушно-сухом состоянии должна быть не менее 150 г.

Взятую пробу консервируют смесью хлороформа и толуола или смесью толуола и ксилола (1 : 1) в количестве 5 мл на 1 кг корма, тщательно перемешивая консервант с кормом.

Карбамид и кормовые фосфаты

При контроле качества минеральных кормовых добавок проводят отбор проб в каждой однородной партии. Для проверки качества затаренных минеральных добавок отбирают из разных мест определенное число упаковок: для карбамида – 1 % мешков, но не менее 10 мешков; для обесфторенного кормового фосфата – каждый двадцатый мешок; для других кормовых фосфатов – каждый пятидесятый мешок. Затем из каждого мешка отбирают разовые пробы с помощью щупа-пробоотборника щелевидного (по ГОСТ 21560.0–75) диаметром 30 мм и длиной 1300 мм, делителя для сокращения общей пробы типа ПМП-2 или любого другого механического делителя.

Разовые пробы отбирают при горизонтальном положении мешка, погружая щуп на $^3/_4$ длины мешка по двум диагоналям. Масса разовой пробы, взятой из одного мешка, должна быть не менее 200 г. Разовые пробы объединяют в общую пробу, тщательно перемешивают и сокращают методом квартования или на механическом делителе до получения средней пробы массой не менее 0,5 кг.

Среднюю пробу упаковывают в чистую сухую банку с плотно закрывающейся крышкой или в полиэтиленовый мешок. Среднюю пробу маркируют, указывая наименование продукта, сорт или марку, номер партии, обозначение стандарта или технических условий, наименование предприятия-изготовителя, дату отбора проб и фамилию пробоотборщика.

При получении неудовлетворительного результата анализа упакованного продукта хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ пробы, отобранной от удвоенного числа единиц упаковки продукта.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРВОНАЧАЛЬНОЙ ВЛАЖНОСТИ

Сущность метода. Определение влажности кормов проводится весовым способом, т. е. проба взвешивается до высушивания и после него, разница между первым и вторым взвешиванием выражается в процентах.

По стандартному методу определения влажности в зоотехническом анализе кормов обычно сначала определяется первоначальная влажность, т. е. вещество высушивается до воздушно-сухого состояния. При таком способе подготовки образцов к анализу они хорошо размалываются и сохраняются.

Определение первоначальной влажности проводится сразу после поступления пробы в лабораторию, так как влага быстро испаряется. Особенно это важно при определении влажности в свежей траве и корнеклубнеплодах. Немедленная сушка травы и некоторых других кормов необходима также и для прекращения ферментативных процессов.

Приборы, материалы. Весы ВТК-500 г, ВЛТК-500 г или аналоги, погрешность взвешивания 0,1 г.

Измельчитель проб растений ИПР-2 или аналоги.

Ножницы, мезгообразователь МЛ-1.

Термостат или сушильный шкаф.

Фарфоровые чашки или кюветы с сетчатым дном.

Мельница растительных проб МРП-2.

Сито диаметром 1 мм.

Подготовка к анализу. Полученный образец прежде всего измельчают. Сено, солому и другие грубые корма, а также зеленые измельчают на части длиной 1—2 см. Корнеклубнеплоды нарезают тонкими ломтиками и нанизывают на нитку или шпагат так, чтобы ломтики не соприкасались друг с другом.

Если в лаборатории имеется сушильный шкаф с вентиляцией, то корнеклубнеплоды, нарезанные ломтиками или в виде мезги, можно сушить в этом шкафу, поместив в кюветы с сетчатым дном.

Проведение анализа. Для определения первоначальной влажности используют фарфоровые чашки или металлические кюветы диаметром 15—20 см или специальные тарированные кюветы с сетчатым дном. Чашки предварительно нумеруют и высушивают в сушильном шкафу при температуре 80—90° С в течение 1 ч. Охлаждают на воздухе и взвешивают на технических весах. Записав массу чашки, в нее помещают анализируемое вещество, масса которого после высушивания должна составлять 100 г. Чашку с пробой ставят в сушильный шкаф. Температуру внутри шкафа перед загрузкой в него материала нужно поднять до

110–120° С, так как во время загрузки она сильно падает. Затем температуру снизить до 60–65° С и продолжать сушку до тех пор, пока вещество не будет казаться на ощупь сухим. Тогда чашку с веществом вынимают из сушильного шкафа и охлаждают на воздухе, оставляя на столе лаборатории на 2 ч (можно на ночь), и снова взвешивают на технических весах. Для проверки полноты высушивания чашку с веществом опять ставят в сушильный шкаф на 1 ч. Затем охлаждают на воздухе, как указано выше, и снова взвешивают.

Корнеклубнеплоды, нарезанные тонкими ломтиками и нанизанные на нитку или шпагат, развешивают в лаборатории и высушивают в течение 3–4 дней до воздушно-сухого состояния. Затем досушивают в сушильном шкафу или термостате при температуре 60–65° С, как было описано выше. Воздушно-сухую пробу размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито с отверстиями 1 мм. Размолотый материал ссыпают в банку с притертой пробкой, хранят в течение необходимого срока и используют для проведения всех анализов.

Обработка результатов. Результат последнего взвешивания вычитают из результата определения массы чашки с веществом до высушивания и находят количество потерянной воды во взятой навеске. Первоначальную влажность в процентах рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{b \cdot 100}{a},$$

где x – процент первоначальной влажности, %; b – масса воды, удаленной при сушке, г; a – навеска вещества, взятая для анализа, г; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИГРОСКОПИЧЕСКОЙ ВЛАЖНОСТИ

На основании проведенных ЦИНАО исследований предлагается метод определения гигроскопической влажности путем высушивания корма при температуре 100–105° С в течение 3 ч.

Приборы, материалы. Весы аналитические, погрешность взвешивания не более 0,0002 г.

Термостат или сушильный шкаф.

Лабораторная мельница.

Бюксы стеклянные широкие, высота 4 см, диаметр 4,5–5 см (по ГОСТ 7148–70).

Эксикатор (по ГОСТ 6371–73).

Проведение анализа. Сухие стеклянные бюксы с притертой

крышкой высушивают в термостате или сушильном шкафу при температуре 100–105° С в течение 30–40 мин, затем закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе, взвешивают на аналитических весах и сразу берут навеску массой 2–3 г воздушно-сухой пробы. Бюксы с пробами ставят в термостат или сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры 120–130° С, так как при загрузке температура в шкафу понижается. Крышки с бюксов снимают и ставят рядом или кладут на бюксы ребром. В шкафу поддерживают температуру 100–105° С. С момента установления такой температуры сушат в течение 3 ч. Затем бюксы закрывают крышкой, вынимают из шкафа, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (40–50 мин) и взвешивают. Разница между первоначальной массой бюксы с веществом и массой бюксы с веществом после сушки составляет количество воды, испарившейся из навески.

Обработка результатов. Процентное содержание гигроскопической воды в анализируемом веществе рассчитывается по формуле:

$$y = \frac{b \cdot 100}{a},$$

где y – процент гигроскопической воды; b – масса воды, выделившейся во время сушки, г; a – навеска вещества, г; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Общую влажность рассчитывают на основании результатов определения первоначальной и гигроскопической влажности по формуле:

$$A = x + \frac{y\,(100 - x)}{100},$$

где A – процент общей влаги; y – процент гигроскопической воды; x – процент первоначальной влажности; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 0,2 % абс.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОЙ ЗОЛЫ

Сущность метода. Для определения сырой золы пробы корма сжигают в муфельной печи. При озолении кормов органические вещества сгорают, а все минеральные (макро- и микроэлементы) остаются в виде золы. Скорость сжигания проб за-

висит от вида корма и его химического состава. Остаток, получаемый при сжигании пробы анализируемого корма, называют сырой золой, так как в этом остатке могут содержаться механические примеси (глина, песок), несгоревшие частицы угля, а также соли угольной кислоты.

Приборы, материалы. Весы аналитические, погрешность взвешивания не более 0,0002 г.

Муфельная печь.

Тигли фарфоровые № 3–4 (по ГОСТ 9147–59).

Эксикатор (по ГОСТ 6371–73).

Проведение анализа. Чистые фарфоровые тигли прокаливают в муфельной печи 1–2 ч. Перед прокаливанием тигли нумеруют, пользуясь для этого раствором хлорного железа ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$; 0,5 %-ный водный раствор).

По охлаждении в эксикаторе тигли взвешивают на аналитических весах и в них берут навески воздушно-сухой пробы массой 1–2 г. Для более полного и быстрого озоления пробы в тигли рекомендуется укладывать рыхло, чтобы кислород воздуха легко проникал в нижние слои. Тигли с навесками ставят в холодную муфельную печь и постепенно поднимают температуру до 200° С. Начало озоления проводят медленно для того, чтобы исключить возможное разбрасывание мелких частиц пробы. Через 50–60 мин температуру в муфеле поднимают до 525–550° С (темно-красное каление) и сжигают обуглившуюся массу до тех пор, пока зола не приобретет светло-серый цвет. Иногда зола имеет красно-бурый или зеленоватый оттенок от присутствия окислов железа и марганца. Для полного озоления пробы обычно достаточно 5–6 ч. По окончании прокаливания тигли с золой охлаждают вначале в выключенной муфельной печи, а затем в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах.

В случаях, когда в золе остаются несгоревшие обуглившиеся частицы, тигли охлаждают, прибавляют в них несколько капель горячей дистиллированной воды, а затем снова осторожно прокаливают в муфельной печи. К остатку в тигле можно также добавить 1–2 мл 3 %-ного раствора перекиси водорода или несколько капель концентрированной азотной кислоты. После такой обработки остатки угля быстро сгорают.

Обработка результатов. Содержание сырой золы (x,%) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{(a - b) \cdot 100}{\text{Н}},$$

где a – масса тигля с сырой золой, г; b – масса тигля, г; Н – навеска, г; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Допустимые расхождения (d) между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать $d = 2,8(0,051 + 0,015\bar{x})$ абс. %, где $\bar{x}$ – среднее из двух определений.

ПОДГОТОВКА ИСХОДНОГО РАСТВОРА ЗОЛЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА, КАЛЬЦИЯ, МАГНИЯ, КАЛИЯ, НАТРИЯ И ДРУГИХ ЗОЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

К полученной золе добавляют 2–3 капли воды, 1 мл 20 %-ного раствора **HCl** и переносят раствор без фильтрования через воронку в мерную колбу вместимостью 100 мл, тигель и воронку тщательно обмывают, доводят раствор до метки дистиллированной водой и перемешивают.

На колбе пишут номер тигля. Приготовленный исходный раствор золы после отстаивания используют для определения **P, Ca, Mg, K** и **Na.**

ВАНАДО-МОЛИБДАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

Сущность метода. Метод основан на образовании в кислой среде фосфорно-ванадо-молибдатного комплекса желтого цвета. При концентрации 1–20 мг/л интенсивность окраски пропорциональна содержанию фосфора.

Приборы, материалы, реактивы. Фотоэлектроколориметр ФЭК-60 или аналоги.

Колбы мерные вместимостью 50, 1000 мл (по ГОСТ 1770–74).

Пипетки мерные вместимостью 5, 10, 15, 20 мл (по ГОСТ 20292–74).

Цилиндры мерные вместимостью 1000 мл (по ГОСТ 1770–74).

Азотная кислота (по ГОСТ 4461–77) х. ч. или ч. д. а.

Аммоний ванадиевокислый мета (по ГОСТ 9336–75), ч. д. а.

Аммоний молибденовокислый (по ГОСТ 3765–72) ч. д. а.

Калий фосфорнокислый, однозамещенный (по ГОСТ 4198–75), х. ч.

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. Приготовление раствора азотной кислоты: один объем концентрированной HNO_3 разводят двумя объемами дистиллированной воды (раствор № 1).

2. Приготовление 0,25 %-ного раствора ванадиевокислого

аммония: 2,5 г ванадиевокислого аммония растворяют в кипящей дистиллированной воде, охлаждают, добавляют 20 мл концентрированной HNO_3, доливают водой до 1 л (раствор № 2).

3. Приготовление 5 %-ного раствора молибденовокислого аммония: 50 г молибденовокислого аммония растворяют в горячей воде, охлаждают и доводят дистиллированной водой до 1 л (раствор № 3).

4. Приготовление реагирующей смеси: растворы № 1, 2, 3 смешивают в отношении 1 : 1 : 1. Смесь может храниться в темном прохладном месте до полугода.

5. Приготовление запасного стандартного раствора: 4,393 г KH_2PO_4 растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 мл в дистиллированной воде, доводят до метки, перемешивают. В 1 мл этого запасного раствора содержится 1 мг фосфора.

6. Приготовление шкалы образцовых растворов: в мерные колбы вместимостью 500 мл отбирают количества образцового стандартного раствора, указанные в таблице 5.

Таблица 5

Номер колбы	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем запасного стандартного раствора, мл	0	1	2	4	6	8	10	16
Содержание P, мг/100 мл	0	0,20	0,40	0,80	1,20	1,60	2,00	3,20

В каждую колбу добавляют 5 мл 20 %-ного раствора HCl, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Проведение анализа. Для определения фосфора из образцовых растворов шкалы и исходных зольных растворов берут по 25 мл и переносят в мерные колбы вместимостью 50 мл. Добавляют 5 мл раствора № 1, доводят до кипения, охлаждают, прибавляют 15 мл реагирующей смеси, взбалтывают, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают. Через 30 мин. фотометрируют, используя синий светофильтр с максимумом пропускания 450–460 нм и кюветы с толщиной просвечиваемого слоя 20–30 мм. Раствором сравнения служит нулевой раствор шкалы. Содержание фосфора в анализируемом растворе определяют по градуировочному графику, построенному по результатам фотометрирования образцовых растворов шкалы. На графике на оси абсцисс откладывают содержание фосфора в

мг/100 мл исходного анализируемого раствора, а на оси ординат – оптическую плотность.

Обработка результатов. Содержание фосфора (x, %) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 100}{H},$$

где a – количество фосфора, найденное по графику, мг/100 мл исходного анализируемого раствора; Н – навеска, мг; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать $d = 2{,}8\ (0{,}005 + 0{,}031\ \bar{x})$ абс. %.

ТРИЛОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ С ФЛУОРЕКСОНОМ

Сущность метода. Трилонометрическое определение кальция основано на образовании в щелочной среде комплексного соединения элемента с трилоном Б. Конечную точку титрования устанавливают по изменению окраски металл-индикатора флуорексона (кальцеина).

Приборы, материалы, реактивы. Цилиндр мерный вместимостью 100 мл (по ГОСТ 1770–74).

Колбы конические с широким горлом вместимостью 250 мл (по ГОСТ 10394–74).

Пипетка мерная вместимостью 10 мл (по ГОСТ 20292–74) или шприц-дозатор вместимостью 10 мл.

Бюретка с краном вместимостью 10 мл с делением 0,05 или 0,01 мл (по ГОСТ 20292–74).

Фарфоровый стакан вместимостью 1000 мл (по ГОСТ 9147–73).

Соляная кислота (по ГОСТ 3118–67) х. ч.

Кали едкое (по ГОСТ 4203–65) х. ч.

Трилон Б (этилендиамин-N, N, N′, N′ - тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная, $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) (по ГОСТ 10652–73) х. ч.

Флуорексон (кальцеин) $C_{30}H_{26}O_{13}N_2$ (по ТУ 6-09-05-1–74) ч. д. а.

Калий хлористый (по ГОСТ 4234–77) ч. д. а.

Натрий лимоннокислый (по ГОСТ 5-1314–72) ч.

Гидроксиламин гидрохлорид (по ГОСТ 5456–79) ч. д. а.

Магний сернокислый, фиксанал (по ГОСТ 4523–77).

Аммиак водный, 25 %-ный (по ГОСТ 3760–64), ч. д. а.

Аммоний хлористый (по ГОСТ 3773–72) ч. д. а.

Хромоген черный (по МРТУ 6-09-1957–64) ч.

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. Проверка качества воды: к 100 мл дистиллированной воды прибавляют 1 мл аммиачного буферного раствора и 5–7 капель индикатора хромогена черного. Голубая с сиреневым оттенком окраска раствора указывает на чистоту воды.

2. Приготовление 20 %-ного раствора **HCl**: 496,8 мл концентрированной соляной кислоты разбавляют дистиллированной водой до 1 л.

3. Приготовление 20 %-ного раствора КОН: 200 г едкого кали растворяют в фарфоровом стакане в небольшом количестве дистиллированной воды при непрерывном помешивании, после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят дистиллированной водой до метки (работа ведется в вытяжном шкафу).

4. Приготовление 0,02 н. раствора трилона Б: 3,72 г соли растворяют в дистиллированной воде, фильтруют, если раствор мутный, затем доводят до метки в мерной колбе вместимостью 1000 мл.

Для установления нормальности раствора трилона Б берут 25 мл 0,01 н. раствора сернокислого магния, приготовленного из фиксанала, добавляют 100 мл воды, 5 мл аммиачного буферного раствора, 5–7 капель индикатора хромогена черного и титруют трилоном Б при интенсивном перемешивании раствора до перехода фиолетовой окраски в голубую.

Если нет фиксанала, берут 1,230 г $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ или 1,020 г $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ и растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 мл. Полученный 0,01 н. раствор соли магния используют для определения нормальности раствора трилона Б так, как это указано выше.

Расчет нормальности трилона Б проводят по формуле:

$$N_x = \frac{N \cdot a}{a_x},$$

где N_x – нормальность трилона Б; N – нормальность раствора соли магния; a_x – количество трилона Б, пошедшее на титрование, мл; a – количество раствора соли магния, взятое для титрования, мл.

5. Приготовление буферного раствора для установления титра трилона Б: 20 г NH_4Cl и 100 мл 25 %-ного раствора

NH_4OH смешивают, после чего объем раствора доводят дистиллированной водой до 1 л.

6. Приготовление индикатора хромогена черного для установления титра трилона Б: 0,5 г индикатора растворяют в 30 мл аммиачного буферного раствора и доводят до 100 мл 96 %-ным этиловым спиртом.

7. Приготовление индикатора флуорексона (кальцеина): 10 г хлористого калия и 0,1 г флуорексона тщательно растирают в ступке. Хранят в темном сухом месте в баночке с притертой пробкой.

Проведение анализа. 10–20 мл исходного раствора золы в зависимости от содержания кальция переносят пипеткой или шприцем-дозатором в широкогорлые колбы вместимостью 250 мл. Доводят объем растворов дистиллированной водой примерно до 75–100 мл. Сюда же добавляют на кончике ножа лимоннокислый натрий, гидроксиламин и 10 мл 20 %-ного раствора КОН (pH исследуемого раствора должен быть 13,0–13,5), а также индикатор флуорексон. После добавления каждого реагента раствор перемешивают. Затем титруют 0,02 н. раствором трилона Б до перехода желто-зеленой окраски в розовую. В качестве "свидетеля" используют 100 мл дистиллированной воды, в которую добавляют в тех же количествах вышеуказанные реактивы и несколько капель трилона Б.

Обработка результатов. Содержание кальция (x, %) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{a \cdot N \cdot V \cdot 100 \cdot 0{,}020}{p \cdot \text{Н}},$$

где a – количество трилона Б, пошедшее на титрование, мл; N – нормальность трилона Б; V – исходный объем анализируемого раствора золы, мл; p – количество исходного анализируемого раствора, взятое для титрования, мл; 100 – коэффициент пересчета в проценты; Н – навеска, г; 0,020 – граммовое значение миллиэквивалента кальция.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать $d = 2{,}8\ (0{,}018 + 0{,}023\bar{x})$ абс. %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАТРИЯ НА ПЛАМЕННОМ ФОТОМЕТРЕ

Сущность метода. Пламенно-фотометрическое определение натрия основано на зависимости между интенсивностью излучения в пламени возбуждаемого элемента и концентрацией его

в растворе. При определении натрия используют спектральную линию 589 НМ.

Приборы, материалы, реактивы. Пламенные фотометры "Цейс III", "Флафокол" и аналоги.

Баллон с пропаном и редуктором "Балтика".

Стаканы вместимостью 50 или 100 мл (по ГОСТ 10394–72).

Бюретки вместимостью 10, 25 и 50 мл (по ГОСТ 20292–74).

Микробюретки вместимостью 1 мл (по ГОСТ 20292–74).

Колбы мерные вместимостью 500 и 1000 мл (по ГОСТ 1770–74).

Натрий хлористый (по ГОСТ 4233–66) х. ч.

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. Приготовление запасного стандартного раствора: 2,542 г NaCl растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. В 1 мл запасного стандартного раствора содержится 1 мг натрия.

2. Приготовление шкалы образцовых растворов: образцовые растворы шкалы готовят в колбах вместимостью 500 мл, вливая в них из бюретки объемы запасного стандартного раствора, указанные в таблице 6.

Таблица 6

Номер колбы	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Объем запасного стандартного раствора, мл	0	0,5	1,0	3,0	6,0	9,0	12,0	18.0	24,0	30,0
Концентрация Na, мг/100 мл	0	0,1	0,2	0,6	1,2	1,8	2,4	3,6	4,8	6,0

Примечание. Для растворов № 1,2 используют микробюретку вместимостью 1 мл. Для растворов № 3 – 5 используют бюретку вместимостью 10 мл. Для растворов № 6 – 8 используют бюретку вместимостью 25 мл. Для растворов № 9 – 11 используют бюретку вместимостью 50 мл.

Затем в каждую колбу доливают 5 мл 20 %-ного раствора HCl, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Проведение анализа. В стаканы вместимостью 100 мл наливают исходные растворы золы. Одновременно в такие же стаканы наливают образцовые растворы шкалы. При фотометрировании используют светофильтр для натрия. Нуль гальвано-

метра устанавливают по нулевому раствору шкалы. Сначала фотометрируют образцовые растворы в порядке возрастания концентрации, затем испытываемые растворы. По окончании фотометрирования строят градуировочный график, где на оси абсцисс откладывают содержание натрия в образцовых растворах шкалы в мг/100 мл, а на оси ординат – показания шкалы гальванометра.

Обработка результатов. Содержание натрия (x, %) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 100}{H},$$

где a – количество натрия, найденное по графику, мг/100 мл исходного анализируемого раствора; 100 – коэффициент пересчета в проценты; Н – навеска, мг.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ НА ПЛАМЕННОМ ФОТОМЕТРЕ

Сущность метода. Метод заключается в сравнении интенсивности излучения кальция в пламени газ – воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения. Устранение влияния мешающих элементов при определении кальция достигается добавлением в фотометрируемые растворы солей стронция при использовании воздушно-пропановой смеси газов или солей магния при использовании воздушно-ацетиленовой смеси.

Приборы, материалы, реактивы. Пламенные фотометры "Флафокол" с компрессором КВ-10 или ГК-68, "Флафо-4" с компрессором ПК-1 и фильтром для очистки воздуха от влаги и масла ФВ-2М.

Баллон для пропана с запорным клапаном КБ-1 или КБ-2 и редуктором "Балтика" (для пламенного фотометра "Флафокол").

Баллон для пропана с редуктором ДПП-1-65 (для пламенного фотометра "Флафо-4" или "Флафокол").

Баллон для ацетилена.

Весы технические, погрешность взвешивания не более 0,1 г.

Весы аналитические ВЛМ-200 г или аналогичные, погрешность взвешивания не более 0,0002 г.

Печь муфельная.

Тигли фарфоровые № 4, 5 высокие или низкие вместимостью 25–50 мл.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 20, 50 мл или бюретки (по ГОСТ 20292–74).

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 1000 мл (по ГОСТ 10394–72).

Стаканы химические вместимостью 100 мл (по ГОСТ 10394–72).

Соляная кислота (по ГОСТ 3118–77) х. ч.

Стронций хлористый, 6-водный (по ГОСТ 4140–74), ч. д. а.

Магний хлористый, 6-водный (по ГОСТ 4209–67), х. ч.

Кальций углекислый (по ГОСТ 4530–66) х. ч.

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. Разбавленный 1 : 1 раствор соляной кислоты: смешивают равные объемы дистиллированной воды и концентрированной соляной кислоты.

2. Запасной раствор хлористого стронция: на технических весах берут навеску 169 г $SrCl_2 \cdot 6H_2O$, растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу, доводят объем дистиллированной водой до 1 л. Готовый раствор содержит 55,5 мг/мл стронция и используется при работе пламенного фотометра "Флафокол" на воздушно-пропановой смеси газов.

Для работы на пламенном фотометре "Флафо-4", ФП-101 и других приборах со светофильтрами берут на технических весах навеску 61 г $SrCl_2 \cdot 6H_2O$, растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу и доводят объем дистиллированной водой до 1 л. Готовый раствор содержит 20 мг/мл стронция и используется при работе на воздушно-пропановой смеси газов.

3. Рабочий раствор хлористого стронция готовят из запасного разбавлением последнего в 10 раз (100 мл запасного раствора доводят до 1 л дистиллированной водой).

4. Запасной раствор хлористого магния: на технических весах берут навеску 190 г $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем дистиллированной водой до 1 л. Приготовленный раствор содержит 22,2 мг/мл магния. Раствор используют при работе пламенного фотометра на воздушно-ацетиленовой смеси газов.

5. Рабочий раствор хлористого магния готовят из запасного раствора разбавлением последнего в 10 раз (100 мл запасного раствора доводят до 1 л дистиллированной водой).

6. Запасной стандартный раствор кальция. Углекислый кальций высушивают до постоянного веса в сушильном шкафу при температуре 200° С. На аналитических весах отвешивают на часовом стекле 2,497 г соли, осторожно смывают небольшим ко-

личеством дистиллированной воды в мерную колбу вместимостью 1000 мл и растворяют, добавляя в колбу 20 мл разбавленной 1 : 1 соляной кислоты. Доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор содержит 1 мг/мл кальция.

7. Приготовление шкалы стандартных растворов. В мерные колбы вместимостью 100 мл отбирают пипетками или бюреткой объемы запасного стандартного раствора, указанные в таблице 7, и доводят дистиллированной водой до метки.

Таблица 7

Номер колбы	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Объем запасного стандартного раствора, мл	0	2	5	10	20	40	60	80	100
Содержание кальция, мг/100 мл	0	2	5	10	20	40	60	80	100

Подготовка приборов к работе. Для определения кальция используют пламенные фотометры, обладающие высокой чувствительностью в необходимой области спектра и имеющие монохроматор или светофильтры с полушириной пропускания 7–10 нм. Пламенные фотометры "Флафо-4" и "Флафокол" отвечают этим требованиям.

При работе на "Флафо-4" используют кальциевый светофильтр с максимумом пропускания при 622 нм, на "Флафоколе" устанавливают барабан длин волн на 554 или 622 нм.

В приборе "Флафокол" фотоэлемент должен быть заменен на фотоэлектронный умножитель с блоком питания **PhM** 3/19, выпускаемый для спектроколориметра "Спекол".

В газовой схеме "Флафо-4" можно использовать высокопроизводительный компрессор ПК-1 вместо баллона сжатого воздуха. Для очистки воздуха от масла и влаги необходимо ставить дополнительные фильтры. Для обеспечения воздухом прибора "Флафокол" используют компрессоры КВМ-8М, КВ-10 или ГК-68 (производства ГДР) с ресивером и вентилем сброса излишка воздуха. Горелку Бунзена используют в качестве вентиля, где запорная игла служит для регулировки подачи воздуха.

При работе на пропано-воздушной смеси газов необходимо заменить насадку на горелке "Флафокола": насадка должна иметь семь отверстий диаметром 3 мм, расположенных по окружности и в центре.

Измерения на приборах проводят при оптимальном режиме их работы, подбирая необходимые давления газа и воздуха. Для этого сначала устанавливают давление газа и воздуха так, как указано в инструкции по эксплуатации прибора, и настраивают шкалу прибора по максимальной и минимальной концентрации образцовых растворов. Затем уменьшают или увеличивают давление газа не более чем на одно значащее деление манометра и при каждом изменении давления фиксируют показания прибора, вводя в пламя раствор средней концентрации. Результаты записывают в таблицу 8. Для работы выбирают давление газа, при котором наблюдается максимальное показание прибора.

Таблица 8

Давление воздуха, кг/см^2	Давление газа (пропан), мм водяного столба	Показания прибора
0,4	180	30
	181	41
	200	45
	220	48
	230	47
	240	44

Примерное давление газов составляет для "Флафокола": воздух – 0,4–0,6 кг/см^2, пропан – 180–240 мм водяного столба; воздух – 0,5–0,7 кг/см^2, ацетилен – 145–180 мм водяного столба.

При работе на "Флафоколе" фотоэлектронный умножитель увеличивает чувствительность прибора, что позволяет работать в широком интервале концентраций кальция. В том случае, когда анализируемые растворы сильно отличаются по содержанию кальция, возможность переключения диапазона чувствительности исключает дополнительное их разведение и повторный анализ. Для этого получают градуировочные характеристики в диапазоне усиления, который необходим в работе с малыми и средними концентрациями кальция, что соответствует 2–5 номерам в таблице 7. Затем, не изменяя общей настройки прибора, переключают рукоятку регулировки усиления на более грубый диапазон и, используя более концентрированные образцовые растворы, записывают показания прибора. В том случае, когда попадаются образцы с повышенной концентрацией кальция и стрелка начинает зашкаливать, достаточно переключить диапазон усиления и записать показание прибора.

Проведение анализа. Шприцем-дозатором или пипеткой отбирают из стандартных растворов шкалы и исходных растворов золы по 5 мл в химические стаканы вместимостью 100 мл, приливают дозатором 45 мл рабочего раствора хлористого стронция и перемешивают. Установку прибора проводят по нулевому раствору шкалы. Полученные растворы вводят в воздушно-пропановое пламя и записывают показания шкалы прибора. При использовании воздушно-ацетиленового пламени приливают 45 мл рабочего раствора хлористого магния.

По окончании фотометрирования строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию кальция в мг/100 мл раствора, а на оси ординат показания гальванометра. Концентрацию кальция в анализируемых растворах находят по градуировочному графику.

Обработка результатов. Содержание кальция (x, %) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 100}{H},$$

где a – содержание кальция, найденное по градуировочному графику, мг; Н – навеска, мг; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Если содержание кальция в анализируемом растворе слишком велико и выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, разбавив предварительно исходный раствор золы в 10 раз слабой соляной кислотой (1 : 100). К 5 мл разбавленного раствора золы прибавляют 45 мл раствора стронция или магния (в соответствии с используемой газовой смесью) и вводят полученный раствор в пламя. Найденное по градуировочному графику содержание кальция увеличивают в 10 раз (величина разбавления), переходя к исходному раствору золы. Далее пользуются приведенной выше формулой расчета содержания кальция.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать $d = 2{,}8\ (0{,}018 + 0{,}023\bar{x})$ % абс.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО АЗОТА

Сущность метода. Проба корма подвергается озолению концентрированной серной кислотой в присутствии катализаторов. Из образовавшегося при этом сернокислого аммония аммиак вытесняют крепкой щелочью и отгоняют паром в 2%-ный раст-

вор борной кислоты. После отгонки раствор оттитровывают серной кислотой.

Приборы, материалы, реактивы. Весы аналитические, погрешность взвешивания не более 0,0002 г.

Электроколбонагреватели или штатив с газовыми горелками.

Аппарат для отгонки аммиака.

Капельница для индикатора.

Установка для титрования.

Пробирки для взвешивания пробы.

Колбы Кьельдаля вместимостью 100–250 мл.

Серная кислота концентрированная (по ГОСТ 4204–77) х. ч.

Борная кислота H_3BO_3 (по ГОСТ 9656–61) х. ч.

Калий сернокислый (по ГОСТ 4145–65) х. ч.

Медь сернокислая $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (по ГОСТ 4165–66) х. ч.

Натр едкий NaOH (по ГОСТ 4328–77) ч.

Селен элементарный (по МРТУ 6-09-638–63).

Подготовка к анализу. 1. 0,1 н. раствор серной кислоты готовят из фиксанала.

2. 2 %-ный раствор борной кислоты: 20 г H_3BO_3 растворяют при нагревании в дистиллированной воде и после охлаждения доводят до 1 л.

3. Смешанный индикатор. 50 мл раствора метиленового голубого (1 г метиленового голубого растворяют в 800 мл 96 %-ного этилового спирта) смешивают со 100 мл раствора метилового красного (1 г метилового красного растворяют в 750 мл 96 %-ного этилового спирта).

4. Селеновый катализатор: растирают и смешивают 100 г сернокислого калия, 10 г сернокислой меди и 2 г селена.

5. 40 %-ный раствор щелочи NaOH.

Проведение анализа. 0,2–1,0 г воздушно-сухой размолотой пробы корма взвешивают в пробирке на аналитических весах. Навеску переносят из пробирки в колбу Кьельдаля так, чтобы проба не попала на горло колбы. По разнице между массой пробирки с пробой и без нее устанавливают величину навески. В колбу с пробой добавляют на кончике ножа около 0,5 г смешанного катализатора и заливают 5 мл концентрированной серной кислоты, если навеска менее 0,4 г, или 10 мл H_2SO_4, если она более 0,4 г. Содержимое колбы перемешивают легким круговым движением, прикрывают стеклянной воронкой и нагревают на слабом огне газовой горелки или на электронагревателе при периодическом перемешивании.

При возникновении сильного вспенивания добавляют в кол-

бу 1 мл 96 %-ного этилового спирта или снимают ее с нагревателя, охлаждают и снова продолжают нагрев после осаждения пены.

Жидкие пробы сначала упаривают, добавив в них 2 мл серной кислоты, после чего добавляют остальные 3 или 8 мл, и проводят озоление до осветления раствора. Одновременно проводят холостое определение. Иногда раствор с озоленной пробой в конце озоления имеет зеленоватый или голубоватый оттенок. Из озоленного раствора аммиак отгоняют, используя для этой цели полумикроаппарат Кьельдаля или аппарат Парнаса–Вагнера. После окончания озоления содержимое колбы Кьельдаля количественно переносят в колбу для отгона, многократно обмывая дистиллированной водой. После количественного перенесения объем раствора не должен превышать половины отгонной колбы.

В приемную колбу наливают 20 мл 2 %-ной борной кислоты и 3–5 капель смешанного индикатора. Подставляют приемную колбу под холодильник так, чтобы его кончик был слегка погружен в раствор борной кислоты. Затем осторожно через воронку аппарата заливают в отгонную колбу 30 мл 40 %-ного едкого натра или 60 мл, если навеска более 0,4 г, пускают воду в холодильник и пускают пар из заранее нагретого парообразователя.

Отгон проводят в течение 7–10 мин. В начале отгонки раствор в приемной колбе зеленеет. Чтобы предотвратить засасывание раствора из приемной колбы, применяют шариковые холодильники и в конце отгонки приемную колбу отставляют, чтобы кончик холодильника находился над раствором. Кончик холодильника обмывают дистиллированной водой. Раствор после отгонки титруют 0,1 н. серной кислотой до перехода зеленой окраски в малиновую.

Обработка результатов. Расчет проводят по формуле:

$$x = \frac{0{,}0014 \cdot a \cdot 100}{\text{Н}},$$

где x – содержание азота, %; 0,0014 – количество азота, эквивалентное 1 мл 0,1 н. серной кислоты, г; Н – навеска корма, г; 100 – коэффициент пересчета в проценты; a – количество мл 0,1 н. серной кислоты, пошедшей на титрование, или разность между количеством миллилитров 0,1 н. H_2SO_4, пошедшей на титрование анализируемого и холостого растворов.

Допустимые расхождения между двумя параллельными

определениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать $d = 2{,}8\,(0{,}057 + 0{,}009\bar{x})$ абс. %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА, ФОСФОРА, КАЛИЯ И КАЛЬЦИЯ ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ РАСТИТЕЛЬНОГО МАТЕРИАЛА ИЛИ КОРМА

Озоление растительного материала для определения азота, фосфора, калия и кальция

Сущность метода. Озоление пробы корма проводят смесью концентрированной серной кислоты, содержащей селен, и 30 %-ного раствора H_2O_2.

Приборы, материалы, реактивы. Весы аналитические или торзионные, погрешность взвешивания не более 0,5 мг.

Весы технические, погрешность взвешивания не более 0,1 г.

Нагревательные блоки для пробирок или электроплитки с температурой нагрева до 400° С.

Пробирки мерные с пробками из термостойкого стекла вместимостью 100 мл или мерные колбы из термостойкого стекла вместимостью 100 мл.

Дозатор вместимостью 3 мл для дозирования концентрированной серной кислоты, погрешность дозирования не более 1 %.

Поршневая пипетка или пипетка с грушей вместимостью 2 мл для дозирования 30 %-ного раствора перекиси водорода, погрешность дозирования не более 1 %.

Колбы Кьельдаля вместимостью 500 мл для приготовления серной кислоты, содержащей селен.

Кислота серная (по ГОСТ 4204–77) х. ч.

Селен (по ТУ СЗ 11–65) ч.

Перекись водорода, 30 %-ный водный раствор (по ГОСТ 10929–64).

Подготовка к озолению. Кислота серная, содержащая селен: аморфный селен растворяют при нагревании в колбе Кьельдаля в концентрированной H_2SO_4 до полного его растворения из расчета 5 г селена на 1 л кислоты. Раствор должен быть бесцветным, прозрачным. Эту смесь используют для озоления растительных навесок и для приготовления шкалы образцовых растворов.

Проведение озоления. Около 0,2 г воздушно-сухой измельченной и просеянной через сито с диаметром отверстий 1 мм пробы взвешивают на аналитических или торзионных весах, переносят в мерные пробирки и заливают 2 мл 30 %-ного раство-

ра H_2O_2. Через 1,5–2 мин в пробирку приливают 3 мл концентрированной H_2SO_4, содержащей селен, и слегка встряхивают.

Пробирки помещают в холодные нагревательные блоки с автоматической регулировкой температуры и в течение 0,5–1 ч поднимают температуру до 380° С. Озоление продолжают до полного обесцвечивания раствора. Время, необходимое для озоления навески, составляет 1,5–2 ч. После осветления раствор охлаждают, доводят дистиллированной водой до 100 мл и перемешивают. Раствор служит исходным для определения азота, фосфора, калия и кальция.

Одновременно проводят холостой опыт через все стадии анализа, кроме взятия навески анализируемого материала.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РЕАКЦИИ ИНДОФЕНОЛЬНОЙ ЗЕЛЕНИ

Сущность метода. Определение азота в растворах после мокрого озоления растительных материалов основано на использовании фотоколориметрического метода, при котором ион аммония окисляется хлором до хлорамина, образуя с салицилатом натрия окрашенное индофенольное соединение с максимумом светопоглощения около 655 нм.

Приборы, материалы, реактивы. Весы аналитические, погрешность взвешивания не более 0,0002 г.

Фотоэлектроколориметр (с красным светофильтром).

Колбы Кьельдаля.

Колбы мерные вместимостью 100 мл (по ГОСТ 1770–74).

Стаканы химические вместимостью 100 мл (по ГОСТ 10394–72).

Шприц-дозатор вместимостью 0,5 и 2,5 мл или градуированные пипетки, погрешность дозирования не более 1 %.

Дозатор вместимостью 50 или 47 мл или мерный цилиндр, погрешность дозирования не более 1 %.

Аммоний хлористый (по ГОСТ 3773–72) х. ч.

Натрия гидроокись (по ГОСТ 4328–77) х. ч.

Натрий салициловокислый (по ГОСТ 17628–72) х. ч.

Натрий нитропруссидный (по ГОСТ 4218–48) х. ч. или ч. д. а.

Калий – натрий виннокислый (сегнетова соль) (по ГОСТ 5845–70) х. ч. или ч. д. а.

Трилон Б (этилендиамин- N, N, N′, N′– тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная) (по ГОСТ 10652–73) х. ч. или ч. д. а.

Кислота серная (по ГОСТ 4204–77) х. ч. или ч. д. а.

Известь хлорная техническая (по ГОСТ 1692–58).

Натрий углекислый безводный (по ГОСТ 83–63) х. ч.

Кислота соляная (по ГОСТ 3118–67) х. ч.

Калий йодистый (по ГОСТ 4232–74) х. ч.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат) $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ (фиксанал) (по ГОСТ 4215–66).

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. Запасной стандартный раствор аммония: 1,910 г хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л. Раствор содержит 0,5 мг азота в 1 мл.

2. Образцовые растворы шкалы готовят в мерных колбах вместимостью 100 мл, отбирая в них объемы запасного стандартного раствора, указанные в таблице 9. Затем каждую колбу доливают до половины объема дистиллированной водой, прибавляют 3 мл концентрированной H_2SO_4, содержащей селен, и перемешивают. После охлаждения доводят объемы растворов дистиллированной водой до метки и снова перемешивают. Раствором сравнения служит нулевой раствор шкалы.

Таблица 9

Номер колбы	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем запасного стандартного раствора, мл	0	4	8	12	16	20	24	28
Содержание N, мг/100 мл	0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0	12,0	14,0

3. Запасной окрашивающий раствор: 56,7 г салицилата натрия, 16,7 г сегнетовой соли и 26,7 г гидроокиси натрия растворяют примерно в 700 мл дистиллированной воды. Раствор кипятят около 20 мин для удаления следов аммиака. После охлаждения в полученный раствор добавляют 0,4 г нитропруссида натрия и доводят объем до 1 л дистиллированной водой. В хорошо закрытой склянке реактив может храниться в холодильнике до 1 месяца.

4. Рабочий окрашивающий раствор: к 50 мл запасного окрашивающего раствора приливают 410 мл дистиллированной воды и 10 мл 2 н. раствора NaOH (80 г NaOH в 1 л), затем добавляют 0,94 г трилона Б. Раствор готовят в день проведения анализа.

5. Гипохлорит натрия, запасной раствор: 150 г хлорной извести перемешивают в стакане вместимостью 500 мл с 250 мл

дистиллированной воды. В другом стакане 105 г углекислого натрия растворяют в 250 мл дистиллированной воды. Оба раствора сливают при постоянном перемешивании. Масса сначала густеет, затем разжижается. Суспензию оставляют на 1–2 суток для отстаивания, затем прозрачную жидкость сливают и фильтруют.

В полученном реактиве определяют концентрацию активного хлора. Для этого 1 мл прозрачного фильтрата разбавляют в конической колбе вместимостью 100 мл дистиллированной водой до 40–50 мл, прибавляют 2 г йодистого калия и 10 мл 1 н. раствора **HCl**. Об азовавшийся йод оттитровывают 0,1 н. раствором тиосульфата натрия, приготовленного из фиксанала, до исчезновения вишневой окраски (1 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия соответствует 0,00355 г хлора).

Например, на титрование 1 мл запасного раствора гипохлорита натрия пошло 22,2 мл 0,1 н. раствора $Na_2S_2O_3$, следовательно, если 1 мл 0,1 н. раствора $Na_2S_2O_3$ соответствует 0,00355 г **Cl**, то 22,2 мл – 0,0788 г **Cl**, таким образом, в 1 мл запасного раствора содержится 0,0788 г **Cl**. т. е. получаем 7,88 %-ный раствор. Для получения 100 мл 0,125 %-ного рабочего раствора гипохлорита натрия следует взять 1,58 мл запасного раствора:

$$x = \frac{0{,}125 \cdot 100}{7{,}88} = 1{,}58 \text{ мл.}$$

Запасной 6–10 %-ный раствор гипохлорита натрия в склянке из темного стекла сохраняется в холодильнике в течение года.

6. Гипохлорит натрия, рабочий раствор: запасной раствор гипохлорита натрия разбавляют дистиллированной водой до 0,125 %-ной концентрации и используют для анализа в течение дня.

Проведение анализа и обработка результатов. Для определения азота в стаканы вместимостью 100 мл из образцовых растворов шкалы и анализируемых растворов отбирают шприцем-дозатором по 0,5 мл и приливают к ним по 47 мл рабочего окрашивающего раствора, перемешивают, прибавляя шприцем-дозатором по 2,5 мл 0,125 %-ного рабочего раствора гипохлорита натрия, снова перемешивают и оставляют растворы на 1 ч при комнатной температуре для полного развития окраски. Одновременно проводят холостое определение.

Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 655 нм, используя кювету с толщиной просвечиваемого слоя 10 мм. Содержание азота в анализируемом растворе определяют

по градуировочному графику, построенному по результатам фотометрирования образцовых растворов шкалы, и пересчитывают в проценты на воздушно-сухое вещество, учитывая массу навески. На градуировочном графике на оси абсцисс откладывают концентрацию азота в мг/100 мл исходного анализируемого раствора, а на оси ординат – оптическую плотность. Содержание азота (x, %) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{(a - b) \cdot 100}{\text{Н}},$$

где a – количество азота, найденное по градуировочному графику, мг/100 мл; b – количество азота в холостом растворе, найденное по градуировочному графику, мг/100 мл; Н – навеска, мг; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать $d = 2{,}8\ (0{,}057 + 0{,}009\bar{x})$ % абс.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФОРА

Сущность метода. (См. раздел "Ванадо-молибдатный метод определения фосфора").

Приборы, материалы, реактивы. Фотоэлектроколориметр.

Пипетка мерная вместимостью 15 мл (по ГОСТ 20292–72) или шприц-дозатор вместимостью 15 мл, погрешность дозирования не более 1 %.

Дозатор вместимостью 25 мл, погрешность дозирования не более 1 %.

Бытовые банки (по ГОСТ 5717–70).

Кассеты для банок десятипозиционные.

Мерные колбы вместимостью 500, 1000 мл (по ГОСТ 1770–74).

Цилиндры мерные вместимостью 500 мл (по ГОСТ 1770–74).

Кислота серная (по ГОСТ 2404–77) х. ч.

Аммоний молибденовокислый (по ГОСТ 3765–72) х. ч. или ч. д. а.

Аммоний ванадиевокислый мета (по ГОСТ 9336–60), ч. д. а.

Азотная кислота (по ГОСТ 4461–67) х. ч. или ч. д. а.

Калий фосфорнокислый однозамещенный (по ГОСТ 4198–65), х. ч.

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. Приготовление серной кислоты, содержащей селен (см. стр. 21).

2. Приготовление реактивов (см. раздел "Ванадо-молибдатный метод определения фосфора").

3. Приготовление шкалы образцовых растворов: 4,393 г KH_2PO_4 растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 л. В 1 мл запасного стандартного раствора содержится 1 мг фосфора и 1,5196 мг K_2O. Этот раствор служит исходным для приготовления шкалы образцовых растворов, которые готовят в мерных колбах вместимостью 500 мл. В них отбирают объемы запасного стандартного раствора, указанные в таблице 10.

Таблица 10

Номер колбы	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем запасного стандартного раствора, мл	0	1	2	4	6	8	10	16
Содержание P, мг/100 мл	0	0,20	0,40	0,80	1,20	1,60	2,00	3,20

Каждую колбу наливают до половины дистиллированной водой и добавляют 15 мл концентрированной H_2SO_4, содержащей селен. После того как колбы остынут, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Проведение анализа. Для определения фосфора из образцовых растворов шкалы и исходных растворов пипеткой с резиновым баллончиком или шприцем-дозатором берут 25 мл и переносят в банки, помещенные в десятипозиционные кассеты. Дозатором прибавляют 15 мл реагирующей смеси, через 1 ч проводят измерение оптической плотности, используя синий светофильтр и кювету с толщиной просвечиваемого слоя 20–30 мм. Раствором сравнения служит нулевой раствор шкалы. Одновременно делают холостое определение.

Измерив оптическую плотность испытуемых растворов, находят значение концентрации фосфора по градуировочному графику, на котором на оси абсцисс откладывают содержание фосфора в мг/100 мл исходного раствора, а на оси ординат – оптическую плотность.

Обработка результатов. Содержание фосфора (x, %) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{(a - b) \cdot 100}{H},$$

где a – количество фосфора, найденное по графику, мг/100 мл исходного анализируемого раствора; b – количество фосфора, найденное по графику, мг/100 мл холостого раствора; Н – навеска, мг; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Для пересчета в P_2O_5 результат умножают на 2,29.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать $d = 2{,}8\,(0{,}005 + 0{,}31\bar{x})$ абс. %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛИЯ

Сущность метода. Пламенно-фотометрическое определение калия основано на зависимости между интенсивностью излучения в пламени возбуждаемого элемента и концентрацией его в растворе. При определении калия используют спектральные линии 766 и 769 нм.

Приборы, реактивы. Пламенный фотометр.

Калий фосфорнокислый однозамещенный (по ГОСТ 4198–65), х. ч.

Подготовка к анализу. 1. Приготовление серной кислоты, содержащей селен (см. стр. 21).

2. Приготовление шкалы образцовых растворов (используется шкала образцовых растворов, приготовленная для определения фосфора, см. стр. 36). Содержание K_2O в 100 мл образцовых растворов шкалы указано в таблице 11.

Таблица 11

Номер колбы	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем стандартного раствора, мл	0	1	2	4	6	8	10	16
Содержание K_2O, мг/100 мл	0	0,30	0,61	1,22	1,82	2,43	3,04	4,86

Проведение анализа и обработка результатов. Для определения калия на пламенном фотометре образцовые растворы шкалы и исходные растворы озолятов используют без разбавления. Одновременно проводят холостое определение. Допустимо использование пламени: пропан–бутан–воздух, сетевой газ–воздух, бензин–воздух. По окончании фотометрирования строят градуировочный график, на котором на оси абсцисс наносят значения концентрации K_2O в мг/100 мл раствора, а на оси ординат – показания гальванометра. Содержание калия в пересчете на K_2O (x, %) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{(a - b) \cdot 100}{H}$$

где a – количество K_2O в 100 мл анализируемого раствора, мг; b – количество K_2O в 100 мл холостого раствора, мг; Н – навеска, мг; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Для расчета содержания калия результат умножается на 0,829.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать $d = 2,8 (0,020 + 0,027\bar{x})$ абс. %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В РАСТВОРАХ ПОСЛЕ МОКРОГО ОЗОЛЕНИЯ

Сущность метода. См. раздел "Трилонометрическое определение кальция с флуорексоном".

Приборы, материалы, реактивы. Те же, что на стр. 21, но вместо натрия лимоннокислого и гидроксиламина гидрохлорида применяется триэтаноламин основной или солянокислый. Приготовление 25 %-ного раствора триэтаноламина (ТЭА): 22,3 г ТЭА солянокислого растворяют и доводят до 100 мл дистиллированной водой или ТЭА основной разбавляют 1 : 3 дистиллированной водой.

Проведение анализа и обработка результатов. 5–20 мл раствора после мокрого озоления (в зависимости от содержания кальция) переносят пипеткой или шприцем-дозатором в широкогорлые колбы вместимостью 200–250 мл, добавляют около 50 мл дистиллированной воды, 0,5 мл раствора ТЭА, 15 мл 20 %-ного КОН, индикатор флуорексон на кончике скальпеля и хорошо перемешивают. Титруют 0,02 н. раствором трилона Б до перехода зеленой флуоресцирующей окраски в розоватую, сохраняющуюся в течение 30 с. В качестве "свидетеля" используют 50 мл дистиллированной воды, в которую добавляют в тех же количествах вышеуказанные реактивы и несколько капель трилона Б. Обработка результатов – См. раздел "Трилонометрическое определение кальция с флуорексоном".

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ МЕТОДОМ ПЛАМЕННОЙ ФОТОМЕТРИИ

Сущность метода. Метод заключается в измерении интенсивности излучения кальция в пламени ацетилен–воздух при введении в него анализируемых растворов и растворов сравнения с известным содержанием кальция.

Приборы, материалы, реактивы. Пламенные фотометры "Флафокол", "Флафо-4".

Пламенный фотометр EKF-2A в линии автоанализатора ПГВ-Мединген.

Ацетилен (ГОСТ 5457–75).

Компрессоры КВ-10, ГК-68, ПК-1, АН-1-40/70.

Фильтры типа ФВ-2М.

Весы аналитические, погрешность взвешивания не более 0,001 г.

Колбы мерные вместимостью 1000, 100 мл (ГОСТ 1770–74).

Пипетки градуированные вместимостью 5 мл (ГОСТ 20292–74).

Бюретки градуированные вместимостью 50 мл (ГОСТ 20292–74).

Кальций углекислый (ГОСТ 4530–66) ч. д. а.

Кислота соляная (ГОСТ 3118–77) х. ч.

Вода дистиллированная (ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. Основной раствор кальция (по ГОСТ 4212–76). Углекислый кальций высушивают до постоянной массы при 100–105° С. 2,497 г соли растворяют в 10 мл 25 %-ного раствора соляной кислоты и доводят объем до 1 л дистиллированной водой. Раствор содержит 1 мг/мл кальция.

2. Разбавленный раствор с содержанием 0,1 мг/мл кальция: 100 мл основного раствора доводят дистиллированной водой до 1 л.

3. 25 %-ный раствор соляной кислоты: 634,8 мл HCl (удельный вес 1,19) доводят до 1 л дистиллированной водой.

4. Рабочие растворы шкалы готовят в мерных колбах вместимостью 100 мл, отбирая в них объемы разбавленного стандартного раствора, указанные в таблице 12. Затем каждую колбу доливают до половины объема дистиллированной водой, добавляют 3 мл концентрированной серной кислоты, содержащей селен, и перемешивают. После охлаждения доводят объемы растворов дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Таблица 12

Номер колбы	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Объем разбавленного раствора, мл	0	0,5	1	2	5	10	20	30	40
Содержание кальция, мг/100 мл	0	0,05	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0

Проведение анализа неавтоматизированным способом. При работах на приборах "Флафокол" и "Флафо-4" используют кальциевые светофильтры или устанавливают длину волны 554 (621) нм. Оптимальное давление газа и воздуха подбирают экспериментально по минимальной и максимальной концентрации кальция так, чтобы обеспечить наибольшие допустимые показания прибора. Примерное давление воздуха и ацетилена, например, для прибора "Флафокол" составляет соответственно 0,5–0,7 кг/см^2 и 360–380 мм водяного столба.

При работе на приборе "Флафокол" фотоэлемент нужно заменить на фотоэлектронный умножитель (ФЭУ) с блоком питания **PhM** 3/19, выпускаемый для спектроколориметра "Спекол", что позволит увеличить чувствительность прибора и работать в широком интервале концентраций кальция.

В начале работы получают калибровочные характеристики для двух-трех интервалов содержания кальция: 0,05–1,0 мг/100 мл; 0,5–2,0 мг/100 мл и т. д. Измерение в интервале 0,05–1,0 мг/100 мл кальция проводят при самой высокой чувствительности прибора.

Регулировкой нуль-потенциометра нулевое деление шкалы устанавливают по первому рабочему раствору шкалы, содержащему сернокислый фон без кальция, а по раствору с содержанием 1,0 мг/100 мл добиваются максимального отклонения по шкале измерительного прибора регулировкой ступени усиления или изменением расходов газа и воздуха. Затем последовательно вводят в пламя рабочие растворы шкалы и получают калибровочные характеристики. После этого, не меняя настройки нулевого деления шкалы, изменяют ступень чувствительности прибора и получают калибровочные характеристики в следующем диапазоне содержания кальция, например 0,5–2,0 мг/100 мл и т. д.

Строят градуировочные графики, откладывая на оси абсцисс (x) содержание кальция в мг/100 мл, а на оси ординат (y) – показания прибора в относительных единицах.

В ходе работы, когда подаются образцы с повышенной концентрацией кальция и стрелка начинает зашкаливать, переключают ступень на большее усиление и продолжают измерение.

Стабильность работы прибора проверяют через каждые 10–20 мин работы по одному-двум растворам шкалы и проводят соответствующую корректировку настройки прибора.

Расчет содержания кальция. По калибровочным графикам находят содержание кальция, соответствующее показанию прибора при определенном усилении.

Содержание кальция (x, %) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 100}{H},$$

где a – содержание кальция, найденное по калибровочному графику, мг; Н – навеска в объеме исходного зольного раствора, мг; 100 – для пересчета в проценты.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОЙ КЛЕТЧАТКИ

Сущность метода. Метод основан на удалении из навески корма кислотным и щелочным гидролизом легкорастворимых углеводов, крахмала, белков, амидов, аминов, жира и липоидных веществ, а также частично гемицеллюлоз и лигнина и на взвешивании сухого остатка.

Полученный остаток, имеющий в своем составе в основном целлюлозу, небольшое количество гемицеллюлоз и лигнина, представляет собой сырую клетчатку.

Приборы, материалы, реактивы. Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Шкаф сушильный.

Плитка электрическая.

Насос вакуумный.

Эксикатор (по ГОСТ 6371–71).

Бюксы стеклянные, высота 10 см, диаметр 3,5 см (по ГОСТ 7148–70).

Стаканы химические вместимостью 300–400 мл (по ГОСТ 10394–72).

Воронка Джандиери.

Воронка стеклянная диаметром 7 см (по ГОСТ 9147–59).

Воронка Бюхнера диаметром 8–10 см (по ГОСТ 8613–64).

Цилиндры мерные вместимостью 100, 250, 500, 1000 мл (по ГОСТ 1770–74).

Колбы Бунзена вместимостью 1, 2, 5 л (по ГОСТ 10394–72).

Колбы мерные вместимостью 1000 мл (по ГОСТ 1770–74).

Палочки стеклянные длиной около 20 см с резиновыми наконечниками.

Бумага фильтровальная быстрой фильтрации ФОБ (по ГОСТ 12026–76).

Лакмусовая бумага красная.

Серная кислота (по ГОСТ 4204–77) х. ч.

Гидроокись калия (по ГОСТ 4203–65) х. ч.

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. Приготовление 4 %-ного раствора H_2SO_4: 23,3 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3 разбавляют дистиллированной водой, вливая кислоту в воду, и после охлаждения доводят до 1 л дистиллированной водой.

2. Приготовление 5 %-ного раствора КОН: 50 г КОН растворяют в дистиллированной воде и доводят до 1 л дистиллированной водой.

Проведение анализа. Навеску воздушно-сухого хорошо размолотого корма массой 1,5 г для грубых и сочных кормов, 2 г для концентратов помещают в стакан вместимостью 300 – 400 мл с меткой на 200 мл и заливают 200 мл 4 %-ного раствора серной кислоты, предварительно подогретой до 70–80° С. Смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой, нагревают на плитке и кипятят в течение 5 мин. По истечении этого времени стакан снимают с плитки, дают отстояться осадку и горячий раствор отсасывают при помощи воронки Джандиери с бумажным фильтром или для кормов с содержанием клетчатки не ниже 3 % через воронку, обтянутую тканью капронового сита с диаметром отверстий не более 0,1 мм, используя для создания вакуума водоструйный или вакуумный насос. Бумажный фильтр вырезают точно по диаметру воронки Джандиери, с тем чтобы закрыть все отверстия ее дна, смачивают водой и, плотно прижав ко дну воронки, отсасывают горячий раствор в колбу Бунзена. По мере понижения уровня жидкости в стакане воронку опускают, стараясь погружать ее не слишком глубоко. Затем воронку вынимают из стакана, перевертывают фильтром вверх и дают оставшейся жидкости стечь в колбу. После этого фильтр снимают пинцетом, прикладывают его к внутренней стенке стакана и струей горячей дистиллированной воды из промывалки смывают приставшие частицы. При использовании воронки, обтянутой тканью, тщательно обмывают горячей дистиллированной водой тканевый фильтр. Затем в стакан приливают горячей воды до 200 мл и снова отсасывают жидкость. Эти операции повторяют трижды. После третьего отсасывания смывают фильтр небольшим количеством воды, приливают в стакан 100 мл 5 %-ного раствора щелочи и доливают дистиллированной водой до 200 мл (концентрация щелочи в стакане составит 2,5 %). Затем содержимое стакана кипятят в течение 5 мин и фильтруют через воронку Бюхнера с бумажным фильтром, предварительно высушенным в течение 1 ч при 105° С и взвешенным вместе с бюксой. Осадок на воронке Бюхнера тщательно отмывают от щелочи горя-

чей дистиллированной водой (проба на лакмус), затем промывают 15 мл спирта и 15 мл эфира. Промытый осадок с фильтром переносят в ту же бюксу, в которой высушивали пустой фильтр, и сушат в термостате при 105° С в течение 4 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах.

Обработка результатов. Зная общую массу бюксы с фильтром и осадком, также массу фильтра и бюксы, рассчитывают количество сырой клетчатки в воздушно-сухом веществе (x, %) по формуле:

$$x = \frac{b \cdot 100}{a},$$

где a – навеска, г; b – масса сырой клетчатки, рассчитанная по разности между массой бюксы с фильтром и осадком и массой фильтра и бюксы, г; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать $d = 2{,}8\,(0{,}138 + 0{,}020\,\bar{x})$ абс. %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА В КОРМАХ

Сущность метода. Метод основан на способности сырого жира растворяться в органических растворителях, при этом извлекаются не только жиры, но и фосфатиды, стериды, эфирные масла, дубильные вещества и пигменты. Проводится экстракция жира бензином с последующим учетом его по убыли массы вещества, взятого для исследования. Анализ проводится на установке ЭЖ-101 для определения сырого жира методом Рушковского.

Приборы, материалы, реактивы. Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Экстракционная установка ЭЖ-101.

Эксикатор (по ГОСТ 6371–73).

Стеклянные бюксы, высота 10 см, диаметр 3,5 см (по ГОСТ 7148–70).

Пинцеты.

Часовые стекла диаметром 18 см.

Бумажные пакетики из фильтровальной бумаги, обезжиренной бензином.

Бензин Б-70 или других сортов после перегонки при температуре кипения 80–90° С.

Проведение анализа. Пакетики из фильтровальной бумаги

обезжиривают в бензине, помещают в стеклянные бюксы и сушат при температуре 105° С в течение 1 ч.

В высушенные и взвешенные пакетики помещают навески массой 1–2 г измельченного воздушно-сухого материала. Пакетики закрывают, помещают в те же бюксы и высушивают в сушильном шкафу при температуре 130 ° С в течение 1 ч или при 105° С в течение 3 ч. Затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Приготовленные таким образом пробы помещают в экстракционную камеру установки ЭЖ-101 в количестве до 100 пакетов, размещая их в один ряд, и заливают 0,5–0,7 л бензина. Бензин наливают также и в емкость экстрактора в количестве 2,5 л, затем закрывают крышкой с встроенным холодильником, пускают воду для охлаждения паров бензина и включают установку в сеть.

Пары нагретого бензина конденсируются на холодильнике, и бензин стекает в экстракционную камеру с пакетами. После заполнения экстракционной камеры бензин поступает по сифонной трубке в емкость под экстракционной камерой, унося с собой жир. Время, необходимое для полного обезжиривания навесок корма, зависит от содержания жира в корме, степени измельчения материала. Обычно для полного экстрагирования жира из корма достаточно 5–6 ч.

По окончании экстракции пакетики вынимают из экстракционной камеры на часовые стекла, дают бензину испариться и сушат в тех же бюксах при температуре 100–105° С 1,5–2 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

По разнице между массой пакетика до и после экстракции определяют массу извлеченного сырого жира в граммах.

Обработка результатов. Содержание сырого жира (x, %) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{b \cdot 100}{a},$$

где b – масса сырого жира, рассчитанная по разнице между массой пробы до и после экстракции, г; a – навеска корма, взятая для анализа, г; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Для определения жира методом Рушковского в аппарате Сокслета допускается использование "Инструкции для зональных агрохимических лабораторий по анализу кормов и растений" (М., Колос, 1968).

Допустимые расхождения между двумя параллельными оп-

ределениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать $d = 2{,}8\,(0{,}121 + 0{,}20\bar{x})$ абс. %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИЗШИХ ЖИРНЫХ КИСЛОТ В СИЛОСЕ МЕТОДОМ ЛЕППЕРА – ФЛИГА

Сущность метода. Определение низших жирных кислот в силосе основано на летучести их паров в смеси с водяным паром. Содержание свободных уксусной и масляной кислот определяют титрованием точных объемов дистиллятов, полученных в результате последовательной их отгонки из водного настоя силоса. Метод используется при анализе проб силоса, консервированного без добавления кислот.

Приборы, материалы, реактивы. Воронки для фильтрования диаметром 12–15 см (по ГОСТ 8613–75).

Бюретки вместимостью 10 мл или цилиндры мерные вместимостью 10–20 мл (по ГОСТ 1770–74).

Колбы круглые плоскодонные вместимостью 500 мл со шлифами.

Колбы круглые плоскодонные без шлифов вместимостью 1000 мл.

Штативы.

Холодильники Либиха прямые, длиной 40 см.

Цилиндры мерные вместимостью 250 мл (по ГОСТ 1770–74).

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250 мл (по ГОСТ 1770–74).

Колбы конические вместимостью 100, 200 мл (по ГОСТ 10394–72).

Колбонагреватели на 300 Вт и 200 В (по ГОСТ 306–69).

Бумага фильтровальная ФНБ (по ГОСТ 12026–76).

Пемза прокаленная.

Кальция окись (по ГОСТ 8677–66) ч. д. а.

Медь сернокислая, 5-водная (по ГОСТ 4165–68) ч. д. а.

Калий двухромовокислый (по ГОСТ 4220–65) ч. д. а.

Натр едкий (по ГОСТ 4328–77).

Кислота серная (по ГОСТ 4204–77) х. ч.

Фенолфталеин (по ГОСТ 5850–72).

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. 10 %-ный раствор окиси кальция.

2. 10 %-ный раствор медного купороса.

3. Раствор $K_2Cr_2O_7$: 67 г реактива растворяют в дистиллированной воде при слабом подогреве, охлаждают до комнатной

температуры, добавляют 45 мл концентрированной H_2SO_4 и доводят водой до объема 1 л.

4. 0,05 н. раствор NaOH готовят из фиксанала.

5. 50 %-ный раствор H_2SO_4: 398 мл H_2SO_4 (плотность 1,84 г/см^3) добавляют к 500 мл дистиллированной воды, после охлаждения доводят раствор до 1 л дистиллированной водой.

6. Раствор индикатора: 1 г фенолфталеина растворяют в 100 мл 70 %-ного этилового спирта.

Проведение анализа. Навеску измельченного (длина резки не более 4 см) силоса массой 50 или 100 г помещают в колбы вместимостью соответственно 500 или 1000 мл и доводят до метки дистиллированной водой.

Колбу закрывают пробкой и встряхивают, после чего ставят в прохладное место для настаивания на 10–12 ч (обычно на ночь). На другой день вытяжку из силоса фильтруют через вату в широкогорлой воронке. Для обессахаривания раствора 200 мл полученного фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, добавляют цилиндром или автоматической бюреткой 20 мл взвеси окиси кальция и 10 мл раствора сернокислой меди, встряхивают и оставляют на 1 ч. Затем доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр.

200 мл полученного обессахаренного фильтрата помещают в круглую плоскодонную колбу вместимостью 500 мл, прибавляют для перевода связанных кислот в свободные 5 мл 50 %-ного раствора H_2SO_4, 4–5 кусочков пемзы, взбалтывают и соединяют с прямым холодильником.

Далее проводят отгон сначала 100 мл в течение 20–30 мин с момента закипания, а затем, не прерывая отгона, в другую мерную колбу отгоняют еще 50 мл в течение 10–15 мин. В качестве приемника используют мерные колбы с притертыми пробками, которые после отгона следует сразу закрыть.

К остатку жидкости в отгонной колбе прибавляют 55 мл раствора $K_2Cr_2O_7$ для окисления молочной кислоты в уксусную, 100 мл воды, нагревают до кипения и отгоняют 50 мл дистиллята в течение 10–15 мин. Следует избегать попадания хромового ангидрида на шлифы.

Все дистилляты переносят в конические колбы, мерные колбы ополаскивают 10–15 мл воды (всегда одним и тем же количеством) и титруют 0,05 н. раствором NaOH в присутствии фенолфталеина до слабо-розового, не исчезающего в течение 1 мин окрашивания. Количество пошедшей на титрование щелочи умножают на 1,25, так как при обессахаривании 200 мл филь-

трата доводили реактивами и водой до объема 250 мл, а для дистилляции брали только 200 мл.

Обработка результатов. Расчет количества 0,05 н. уксусной (A_1), масляной (A_2) и молочной (A_3) кислот в миллилитрах проводят по формулам: $A_1 = 6{,}41D_2 - 1{,}42D_1$, $A_2 = 1{,}96D_1 - 3{,}09D_2$, $A_3 = 5{,}47D_3 - (0{,}38A_1 + 0{,}13A_2)$, где D_1 – количество 0,05 н. щелочи, пошедшей на титрование первого дистиллята, мл; D_2 – количество 0,05 н. щелочи, пошедшей на титрование второго дистиллята, мл; D_3 – количество 0,05 н. щелочи, пошедшей на титрование третьего дистиллята, 1 мл 0,05 н. раствора уксусной кислоты содержит ее 0,003 г, масляной кислоты 0,004 г, молочной кислоты 0,0045 г.

Так как взятым для отгона 200 мл силосного фильтрата соответствуют 20 г силоса, то содержание кислот в процентах составит:

$$\text{уксусная кислота} - C_2 = \frac{A_1 \cdot 0{,}003 \cdot 100}{20},$$

$$\text{масляная кислота} - C_4 = \frac{A_2 \cdot 0{,}0044 \cdot 100}{20},$$

$$\text{молочная кислота} - C_3 = \frac{A_3 \cdot 0{,}0045 \cdot 100}{20}.$$

Эти же формулы в упрощенном виде имеют следующий вид:

$$\%C_2 = 0{,}096D_2 - 0{,}021D_1;$$
$$\%C_4 = 0{,}043D_1 - 0{,}068D_2;$$
$$\%C_3 = 0{,}123D_3 - 0{,}046D_2 + 0{,}006D_1.$$

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМЫХ И ЛЕГКОГИДРОЛИЗУЕМЫХ (ЛЕГКОФЕРМЕНТИРУЕМЫХ) УГЛЕВОДОВ В КОРМАХ ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ

Сущность метода. Метод основан на экстракции растворимых углеводов из навески корма горячей водой, последующем гидролизе легкоферментируемых углеводов 1 %-ной серной кислотой и определении в экстракте и гидролизате сахаров с антроновым реактивом.

Определение с антроновым реактивом (раствор антрона в концентрированной серной кислоте) основано на образовании окрашенных продуктов при взаимодействии антрона с продуктами дегидратации углеводов в серной кислоте. Оптическую плотность окрашенного соединения антрона с углеводами из-

меряют на "Спеколе" при 625 нм или на ФЭК при красном светофильтре.

Путем пересчета количества сахара, полученного после гидролиза, на коэффициент 0,9 (отношение наименьшего молекулярного веса крахмала 162,1 к молекулярному весу глюкозы 180,1) находят содержание легкогидролизуемых (легкоферментируемых) углеводов.

Приборы, посуда, реактивы. Спектроколориметр "Спекол", ФЭК или аналог.

Микроразмельчитель тканей РТ-2 на 3000–5000 об/мин.

Баня водяная.

Плитка электрическая.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Штативы металлические с гнездами для пробирок.

Пробирки стеклянные диаметром 2 см, высотой 20 см, с притертыми пробками.

Стаканы химические вместимостью 250 мл (по ГОСТ 10394–72).

Колбы мерные вместимостью 100 мл, с притертыми пробками (по ГОСТ 1770–74).

Цилиндры мерные вместимостью 10, 100, 250, 500, 1000 мл (по ГОСТ 1770–74).

Воронки стеклянные диаметром 7 см (по ГОСТ 81613–75).

Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 мл (по ГОСТ 20292–74).

Бумага фильтровальная быстрой фильтрации ФОБ (по ГОСТ 12026–76).

Дозаторы вместимостью 10 мл, погрешность дозирования не более 1 %.

Антрон (по МРТУ 6-09-1570–72) ч.

Тиомочевина (по МРТУ 6-09-62-63–69) ос. ч.

Серная кислота H_2SO_4 (по ГОСТ 4204–66) х. ч. или для пробы Савваля.

Сернокислый цинк $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ (по ГОСТ 4174–69) х. ч.

Калий железосинеродистый (желтая кровяная соль) $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ (по ГОСТ 4207–75) х. ч.

Глюкоза медицинская безводная.

Хлорная ртуть $HgCl_2$ (по ГОСТ 4519–47) х. ч.

Толуол (по ГОСТ 459-55–68) х. ч.

Бензол (по ГОСТ 5955–68) х. ч.

Петролейный эфир (ТУМ ХЦ 1867–48).

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Уксуснокислый цинк $Zn(CH_3COO)_2 H_2O$ (по ГОСТ 5823–69) ч. д. а.

Подготовка к анализу. 1. Перекристаллизация антрона: следует провести предварительную перекристаллизацию антрона квалификации ч. Для этого 10 г антрона квалификации ч растворяют в 90 мл горячего бензола (нерастворившиеся кусочки оставить на дне колбы, а раствор слить в нагретую емкость) и к полученному раствору прибавляют 30 мл холодного петролейного эфира. Выпавшие светло-желтые кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера и высушивают в эксикаторе над хлористым кальцием. Если антрон полностью не растворяется в бензоле, то он плохого заводского качества (работы проводятся в вытяжном шкафу).

2. Приготовление антронового реактива: 300 мл дистиллированной воды смешивают с 760 мл концентрированной серной кислоты при 20° С в термостойкой посуде, вливая постепенно кислоту в воду. После охлаждения растворяют в полученном объеме кислоты вначале 1 г тиомочевины, а затем 1 г антрона. Раствор желто-зеленого цвета тщательно перемешивают и переливают в темную склянку. Хранят не более двух недель в холодильнике.

Если перекристаллизованный антрон плохо растворяется в серной кислоте с тиомочевиной, то нагревают смесь на водяной бане при перемешивании при температуре 80–90° С до тех пор, пока не получится прозрачный раствор.

3. Приготовление 1 %-ного раствора серной кислоты: 5,6 мл концентрированной серной кислоты смешивают с дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 л, после охлаждения доводят до метки и перемешивают.

4. Осветляющие растворы: а) 300 г сернокислого или 230 г уксуснокислого цинка водного растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят дистиллированной водой до метки; б) 150 г желтой кровяной соли $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят дистиллированной водой до метки.

5. Приготовление запасного раствора глюкозы: 0,3 г медицинской глюкозы безводной растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в дистиллированной воде, предварительно прокипяченной и охлажденной. В раствор на кончике скальпеля добавляют хлорную ртуть и доводят водой до метки. 1 мл стандартного раствора содержит 0,3 мг глюкозы. Запасной раствор хранят в холодильнике не более месяца. При отсутствии хлорной

ртути добавляют несколько капель толуола и хранят не более недели.

Приготовление шкалы стандартных растворов. Запасной раствор глюкозы используется для приготовления шкалы образцовых растворов. Шкалу готовят в мерных колбах вместимостью 100 мл. Отбирают в них количества запасного раствора, указанные в таблице, и доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают (табл. 13).

Таблица 13

Объем запасного раствора медицинской глюкозы, мл	Содержание глюкозы, мг в 2 мл
5	0,03
10	0,06
15	0,09
20	0,120
25	0,150

Проведение анализа. 1. Получение экстрактов растворимых углеводов и гидролизатов легкоферментируемых углеводов. Навеску воздушно-сухого размолотого корма массой 0,5 г взвешивают с погрешностью 0,0002 г и помещают в стеклянный стаканчик вместимостью 250 мл с метками на 50 и 60 мл, заливают 60 мл предварительно нагретой до 50–60° С дистиллированной воды. Затем стаканчик помещают в микроразмельчитель РТ-2 и гомогенизируют корм в течение 2–3 мин со скоростью 5000 об/мин.

После гомогенизации мешалку обмывают дистиллированной водой в стаканчик с содержимым и раствор фильтруют через стеклянную воронку с мягким бумажным фильтром в мерную колбу вместимостью 100 мл. Осадок переносят на фильтр, стаканчик обмывают дистиллированной водой и сливают на фильтр. Осадок на фильтре промывают дистиллированной водой 2–3 раза так, чтобы объем в колбе не был доведен до метки. После охлаждения раствора в мерной колбе доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Получают исходный неосветленный экстракт углеводов.

Осадок с фильтра тщательно смывают 50 мл горячего раствора серной кислоты из промывалки в тот же стаканчик для гомогенизации с меткой на 50 мл.

Содержимое стаканчика, куда вставляется стеклянная палочка, кипятят в течение 5 мин на плитке при периодическом

перемешивании. Затем фильтруют содержимое в горячем состоянии через стеклянную воронку с мягким бумажным фильтром в мерную колбу вместимостью 100 мл. Осадок на фильтре промывают дистиллированной водой. После охлаждения фильтрата объем в колбе доводят до метки и перемешивают. Получают исходный неосветленный гидролизат, в котором определяются легкоферментируемые углеводы. Экстракт и гидролизат можно хранить в холодильнике не более суток.

2. Осветление растворов. Для осветления растворов из исходных экстракта и гидролизата отбирают пипеткой в мерные колбы вместимостью 100 мл по 10 мл из экстракта концентратов, сочных или грубых кормов, по 1 мл из экстракта свеклы и по 10 мл из гидролизата для сочных и грубых кормов, от 1 до 5 мл из гидролизата для концентратов. Затем в эти же колбы добавляют по 2 мл 30 %-ного раствора сернокислого или уксуснокислого цинка и 15 %-ного раствора желтой кровяной соли. Растворы с выпавшим аморфным осадком доводят до метки дистиллированной водой. При анализе кормов, содержащих небольшое количество углеводов (силос), осветление проводят непосредственно после гомогенизации в мерных колбах с исходными экстрактами и гидролизатами, не доводя растворы предварительно до метки. Содержимое колб тщательно перемешивают и фильтруют через стеклянные воронки с мягким бумажным фильтром в мерные колбы вместимостью 100 мл, отбрасывая первые порции фильтрата. Осветленные растворы хранят в холодильнике не более суток.

3. Окрашивание и измерение. В пробирки с притертыми пробками дозатором или пипеткой с резиновым баллончиком вливают по 10 мл антронового реактива. Затем в одну серию этих пробирок вносят по 2 мл осветленных растворов из экстракта и гидролизата, а в другую – по 2 мл растворов шкалы, вливая осторожно по стенкам. Пробирки закрывают и тщательно перемешивают содержимое, энергично встряхивают. Если после встряхивания пробирки с антроновым реактивом и анализируемой пробой получается мутный раствор, то следует увеличить количество антронового реактива, добавленного во все анализируемые растворы и растворы шкалы, но не более чем до 15 мл. Сразу после этого пробирки открывают и ставят в металлическом штативе (дно которого не должно касаться дна бани) в кипящую водяную баню на 20 мин. При этом развивается голубовато-зеленое прозрачное окрашивание.

Затем пробирки охлаждают проточной водопроводной водой и через 30 мин (для достижения комнатной температуры)

проводят измерения оптической плотности анализируемых и образцовых растворов на "Спеколе" при 625 нм, используя кювету с толщиной просвечиваемого слоя $l = 20$ мм или на ФЭК при красном светофильтре в кювете $l = 20$ мм. Окраска измеряемых растворов устойчива в течение дня.

В качестве раствора сравнения используют холостую пробу, куда вместо глюкозы добавлено 2 мл воды, 10 мл антрона (кипятить вместе с анализируемыми растворами). При измерении на ФЭК объем холостой пробы следует увеличить в 2 раза.

Содержание сахаров определяют по градуировочному графику, построенному по результатам измерения оптической плотности образцовых растворов. На градуировочном графике на оси абсцисс откладывают содержание глюкозы в миллиграммах в 2 мл образцового раствора, а по оси ординат – соответствующую ему оптическую плотность. При работе следует учитывать, что наиболее точные результаты измерения оптической плотности можно получить в пределах 0,15–0,6. Если получают очень высокую оптическую плотность, выходящую за допустимые пределы, то следует провести разведение растворов, взятых для окрашивания. Если оптическая плотность очень мала, то следует увеличить аликвоту, взятую для осветления.

Каждая серия определений обязательно должна сопровождаться анализом образцовых растворов.

Обработка результатов. Расчет содержания сахаров в экстрактах и гидролизатах в процентах к воздушно-сухому веществу проводится по формуле:

$$x = \frac{П \cdot А \cdot Б \cdot 100}{Н \cdot а \cdot б},$$

где x – содержание сахара, %; П – количество сахара, рассчитанное по градуировочному графику, мг/2 мл; А – объем исходного неосветленного экстракта (гидролизата) мл; Б – объем осветленного экстракта (гидролизата) мл; а – количество исходного экстракта (гидролизата), взятого на осветление, мл; б – количество осветленного экстракта (гидролизата), взятого на окрашивание, мл; Н – масса навески воздушно-сухого корма, мг; 100 – коэффициент для пересчета в проценты.

Если осветление проводится непосредственно после гомогенизации или гидролиза в мерных колбах, то в формуле *Б* и *а* отсутствуют.

Для перевода сахаров гидролизатов в крахмал содержание сахара следует умножить на коэффициент 0,9.

При необходимости отдельного определения растворимых углеводов проводится только экстракция сахаров без дальнейшего гидролиза остатка.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в таблице 14.

Таблица 14

Показатель	Содержание, %	Расхождения параллельных определений, %
Сахара	1–5	0,5
	6–10	0,9
	Более 10	1,2
Крахмал	1–5	0,5
	25–65	3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОЙ КЛЕТЧАТКИ И УГЛЕВОДОВ В КОРМАХ ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ

Сущность метода заключается в том, что из навески корма проводят последовательно экстракцию и определение водорастворимых углеводов, затем после легкого гидролиза 1 %-ным раствором серной кислоты определяют крахмал, а в остатке после щелочного гидролиза определяют клетчатку.

Проведение анализа. Остаток на фильтре после отделения гидролизатов, содержащих крахмал, тщательно отмывают от кислоты горячей водой (проба на лакмус), затем с фильтра его смывают из промывалки горячим (80–90° С) раствором 2,5 %-ным КОН в стаканчик, где проводили экстракцию сахаров и гидролиз крахмала, до метки на 100 мл и кипятят содержимое на плитке в течение 5 мин. Содержимое стакана переносят на предварительно высушенный и взвешенный бумажный фильтр на воронке Бюхнера. Осадок на воронке тщательно отмывают от щелочи горячей дистиллированной водой и промывают 15 мл спирта и 15 мл эфира. Промытый осадок с фильтром переносят в ту же бюксу, в которой высушивали пустой фильтр, сушат в термостате при 105° С в течение 4 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах.

Обработка результатов. Количество сырой клетчатки в воздушно-сухом веществе рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{b \cdot 100}{a},$$

где x – содержание сырой клетчатки, %; a – навеска воздушно-

сухого корма, взятая на анализ (0,5 г); b – масса сырой клетчатки, рассчитанная по разнице между массой бюксы с фильтром и осадком и массой фильтра и бюксы, г; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРОТИНА ПО ЦИРЕЛЮ

Сущность метода. Определение основано на способности каротина растворяться в органических растворителях, давая при этом желтую окраску. Так как в бензине растворяются и другие пигменты (хлорофилл), их отделяют от каротина путем настаивания с адсорбентами. Кристаллический каротин легко окисляется на воздухе, поэтому для приготовления стандартной шкалы используют растворы двухромовокислого калия или азобензола. Измерение оптической плотности проводят при длине волны 450 нм.

Приборы, материалы, реактивы. Измельчитель проб растений ИПР-2.

Мельница МРП-1.

Гомогенизатор польский, тип 302 (во взрывобезопасном исполнении) или отечественного производства.

Спектроколориметр "Спекол" или фотоэлектроколориметр (с синим светофильтром, дающим максимум пропускания в области 440–450 нм).

Весы технические ВЛТК-500 г или аналоги, погрешность взвешивания не более 0,1 г.

Фарфоровая ступка № 3 диаметром 140 мм (по ГОСТ 9147–73).

Пестик длиной 130 мм.

Цилиндр мерный вместимостью 100 мл (по ГОСТ 1770–74).

Бюретка вместимостью 50 мл (по ГОСТ 20292–74).

Колбы мерные вместимостью 100, 1000 мл (по ГОСТ 1770–74).

Карандаш восковой для стекла.

Банки бытовые вместимостью 200 мл (по ГОСТ 5717–70).

Крышки полиэтиленовые для банок диаметром 60 мм.

Кальция окись безводная (по ГОСТ 8677–76) ч. д. а.

Калий двухромовокислый (по ГОСТ 4220–75) х. ч.

Азобензол (по ГОСТ 13490–78) ч.

Натрий сернокислый безводный (по ГОСТ 4166–76), ч. д. а.

Алюминия окись безводная (по ТУ 6-09-426–70), ч.

Бензин автомобильный АИ-93 (неэтилированный) (по ГОСТ 5818–78) или бензин авиационный Б-70.

Натрий двууглекислый $NaHCO_3$ (по ГОСТ 4201–66) х. ч. или ч. д. а.

Спирт этиловый (по ГОСТ 5962–67).

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. Стандартный раствор двухромовокислого калия: 0,720 г бихромата калия растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л. 1 мл этого раствора соответствует 0,00416 мг каротина.

2. Стандартный раствор азобензола: 0,145 г азобензола растворяют в этиловом спирте и доводят объем раствора этиловым спиртом до 1 л. 1 мл полученного раствора соответствует 0,00235 мг каротина. Хранят не более 1 недели в темном холодном месте.

3. Окись алюминия 10 %-ной влажности: к 900 г безводной окиси алюминия, просеянной через сито с диаметром отверстий 1 мм, добавляют 100 мл дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Реактив хранят в герметически закрытом сосуде и используют для анализа не ранее следующего дня.

4. Окись кальция (безводная): готовят путем растирания в фарфоровой ступке до порошкообразного состояния. Хранят в герметически закрытой банке.

5. Приготовление шкалы образцовых растворов: в мерные колбы вместимостью 100 мл из бюретки вносят 10, 20, 30, 40, 50 мл приготовленного стандартного раствора двухромовокислого калия или азобензола и доводят объем дистиллированной водой (во втором случае спиртом) до метки, тщательно перемешивают.

При измерении оптической плотности образцовых растворов бихромата калия в качестве раствора сравнения используют воду; при измерении оптической плотности образцовых растворов азобензола – спирт.

При стабильной работе прибора проверку градуировочного графика проводят не реже 1 раза в неделю.

На графике на горизонтальной оси наносят величину объемов стандартного раствора бихромата калия (азобензола), взятых для приготовления шкалы; на вертикальной оси – соответствующую ей оптическую плотность раствора.

6. Калибровка бытовых банок: перед анализом необходимо нанести метки на бытовые банки восковым карандашом. Для нанесения меток во все банки берут 5 г песка или измельченного стекла (при использовании гомогенизатора их добавлять не нужно), 15 г Na_2SO_4, 10 г Al_2O_3 и 0,5 г CaO, заливают 100 мл бензина и наносят метку.

Проведение анализа. Пробу сена (соломы) размельчают на

измельчителе ИПР-2 или ножницами (длина резки не более 1–1,5 см), тщательно перемешивают и из разных мест отбирают пробу массой до 100 г, которую размалывают на мельнице МРП-1 без предварительного подсушивания. Затем из разных мест хорошо перемешанной пробы берут на технических весах навеску 1–3 г, переносят в бытовые банки вместимостью 200 мл, добавляют 5 г безводного сернокислого натрия, 10 г окиси алюминия 10 %-ной влажности, 0,5 г окиси кальция и 100 мл бензина. Тщательно перемешивают, плотно закрывают банку крышкой и оставляют в темном месте на 18–20 ч. Травяную муку анализируют без предварительного измельчения.

Пробу свежего растительного материала (зеленая масса) размельчают на измельчителе ИПР-2, мезгообразователе (кормовые корнеплоды) или ножницами (силос). Тщательно перемешивают и из разных мест берут на технических весах навеску 1–3 г, в зависимости от ожидаемого содержания каротина. Навеску переносят в стакан гомогенизатора, на дно которого насыпано 15 г сернокислого натрия (в навеску силоса добавляют соду на кончике ножа), наливают 50–60 мл бензина и гомогенизируют 2 мин при 5000 об/мин. При отсутствии гомогенизатора навеску, смочив небольшим количеством бензина, растирают 4–5 мин до однородного состояния в фарфоровой ступке с 5 г песка или измельченного стекла и 15 г сернокислого натрия. Подготовленную тем или другим способом навеску осторожно переносят в бытовую банку вместимостью 200 мл, тщательно обмывая стакан гомогенизатора или ступку с пестиком минимальным количеством бензина. Добавляют в банки 10 г окиси алюминия 10 %-ной влажности и 0,5 г окиси кальция, доводят бензином до метки и перемешивают. Плотно закрывают банку полиэтиленовой крышкой и оставляют стоять в темном месте 18–20 ч.

На следующий день пипеткой с резиновой грушей осторожно переносят прозрачный отстоявшийся раствор в кювету фотоэлектроколориметра с толщиной просвечиваемого слоя 20–30 мм. Раствором сравнения при фотометрировании служит бензин. При большой оптической плотности раствора 25 мл вытяжки переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл и доводят бензином до метки. Результаты определения каротина в этом случае удваивают.

Обработка результатов. Содержание каротина (x, мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 0{,}00416 \cdot 1000}{H},$$

где a – эквивалентное количество исходного раствора, найденное по графику, мл; 0,00416 – коэффициент перевода 1 мл исходного раствора $K_2Cr_2O_7$ в эквивалентное количество миллиграммов каротина (для азобензола этот коэффициент равен 0,00235); Н – навеска, г; 1000 – коэффициент пересчета на 1 кг корма.

Пример расчета. Для анализа была взята навеска 2 г. Оптическая плотность исследуемого раствора 0,2, что соответствует 20 мл исходного раствора $K_2Cr_2O_7$.

$$x = \frac{20 \cdot 0{,}00416 \cdot 1000}{2} = 41{,}6.$$

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать ±0,5 %, отн.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АЗОТА В КАРБАМИДЕ

Сущность метода заключается в минерализации амидной формы азота до аммиачного азота с последующим его взаимодействием с формальдегидом и титровании выделившейся кислоты едким натром.

Приборы, материалы, реактивы. Колбы круглодонные или конические из термостойкого стекла вместимостью 250 мл (по ГОСТ 10394–72).

Цилиндры мерные вместимостью 50 мл (по ГОСТ 1770–74).

Пипетки мерные вместимостью 5 мл (по ГОСТ 20292–74).

Бюретки мерные вместимостью 25 мл (по ГОСТ 20292–74).

Колбонагреватель или электроплитка (по ГОСТ 306–76).

Кислота серная (по ГОСТ 4204–77) х. ч. или ч. д. а., концентрированная и 0,5 н. раствор.

Натрия гидрат окиси (по ГОСТ 4328–77) х. ч. или ч. д. а., 5 н. и 1 н. раствор.

Формалин технический (по ГОСТ 1625–61).

Спирт этиловый (по ГОСТ 17299–71 или по ГОСТ 18300–72).

Метиловый красный (по ГОСТ 5853–51).

Фенолфталеин (по ГОСТ 5850–72).

Тимолфталеин (по ГОСТ 4919–68).

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. 25 %-ный раствор формалина: к 100 г формалина прибавляют 300 мл воды, 0,5 мл раствора фенолфталеина и нейтрализуют, добавляя по каплям при пере-

мешивании 1 н. раствор едкого натра до первого появления розовой окраски.

2. Смешанный индикатор с pH 9,6: в 100 мл этилового спирта растворяют 0,5 г фенолфталеина и 0,5 г тимолфталеина и тщательно перемещивают.

3. Раствор фенолфталеина: 0,1 г фенолфталеина растворяют в 100 мл этилового спирта.

4. 0,5 н. раствор серной кислоты: 14 мл концентрированной серной кислоты осторожно небольшими порциями при перемешивании наливают в воду в мерную колбу вместимостью 1 л. После охлаждения доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают.

5. 5 н. раствор едкого натра готовят в фарфоровом стакане вместимостью 1 л: 349 мл 40 %-ного раствора едкого натра наливают в воду осторожно небольшими порциями при перемешивании. После охлаждения объем раствора доводят водой до 1 л и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Проведение анализа. 1 г карбамида взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и помещают в круглодонную или коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 250 мл, затем осторожно приливают 5 мл концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы перемешивают и осторожно нагревают на колбонагревателе или электроплитке (с асбестовой сеткой) до прекращения бурного выделения пузырьков углекислого газа, доводят до кипения и кипятят до полного прекращения выделения отдельных пузырьков углекислого газа и появления белых паров серной кислоты, нагревают еще 10 мин и охлаждают. После охлаждения в колбу осторожно приливают 50 мл воды, добавляют 1–2 капли индикатора метилового красного и нейтрализуют избыток кислоты 5 н. раствором едкого натра до перехода розовой окраски раствора в желтую, а затем по каплям добавляют 0,5 н. раствор серной кислоты до появления розового оттенка.

К нейтрализованному раствору прибавляют 40 мл 25 %-ного раствора формалина, 5 капель смешанного индикатора с pH 9,6 и через 1–2 мин титруют выделившуюся кислоту 1 н. раствором едкого натра до появления малиновой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Раствор после прибавления формалина приобретает розовую окраску. По мере титрования окраска раствора переходит вначале в желтый цвет, а затем в малиновый, что указывает на конец титрования.

Обработка результатов. Содержание азота (x, %) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{V \cdot К \cdot 100}{Н},$$

где V – объем точно 1 н. раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл; К – количество азота, соответствующее 1 мл раствора едкого натра (для 1 н. раствора К = 0,014); Н – навеска, г.

После минерализации амидного азота серной кислотой и охлаждения содержимого колбы закончить анализ можно по методу Кьельдаля с отгонкой паром. Для этого необходимо довести объем озоленной пробы до 200–250 мл и взять для отгонки аликвоту, содержащую 2–3 мг азота. Применительно к навеске карбамида 1 г это составит 1 мл.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИДНОГО АЗОТА В КАРБАМИДЕ

Сущность метода заключается в измерении оптической плотности окрашенного комплекса, образуемого *п*-диметиламинобензальдегидом с амидной формой азота.

Приборы, материалы, реактивы. Спектроколориметр "Спекол" или фотоэлектроколориметр типа ФЭК-Н-57, ФЭК-60 или другой аналогичный прибор.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Весы технические типа ВЛТК-500 г.

Колбы мерные вместимостью 25, 50, 250, 500, 1000 мл (по ГОСТ 1770–74).

Цилиндры мерные вместимостью 50, 100 мл (по ГОСТ 1770–74).

Пипетки мерные вместимостью 1 мл (по ГОСТ 20292–74).

п-диметиламинобензальдегид.

Кислота соляная (по ГОСТ 3118–77) х. ч. или ч. д. а.

Кислота серная (по ГОСТ 4204–77) х. ч. или ч. д. а.

Мочевина (по ГОСТ 6671–67) х. ч. или ч. д. а.

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. 1. Раствор *п*-диметиламинобензальдегида: 10 г реактива, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, прибавляют 80 мл концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора водой до метки, тщательно перемешивают, фильтруют и оставляют на 3–4 суток, после этого используют для анализа. Раствор устойчив в течение месяца.

2. Раствор А, содержащий 1 мг азота в 1 мл: 2,1413 г моче-

вины, высушенной при 60° С до постоянной массы, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 250–300 мл воды в мерной колбе вместимостью 1 л, доводят водой до метки и перемешивают.

3. 20 %-ный раствор соляной кислоты: 400 мл концентрированной соляной кислоты осторожно небольшими порциями при перемешивании наливают в воду в мерную колбу вместимостью 1 л. После охлаждения доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Построение градуировочного графика. Для построения градуировочного графика готовят серию образцовых растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 25 мл последовательно вносят пипеткой 1, 2, 3, 4, 5, 6 и 8 мл раствора А, что соответствует 1, 2, 3, 4, 5, 6 и 8 мг азота.

В каждую колбу добавляют по 5 мл *п*-диметиламинобензальдегида и тщательно перемешивают. Одновременно в мерной колбе вместимостью 25 мл готовят раствор сравнения, содержащий 5 мл *п*-диметиламинобензальдегида и не содержащий мочевины.

Объем раствора в каждой колбе доводят водой до метки, перемешивают и через 15 мин измеряют на спектрофотометре оптическую плотность образцовых растворов по отношению к раствору сравнения в кюветах с толщиной поглощающего слоя раствора 10 мм при длине волны 420 нм. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание амидного азота в образцовых растворах, а на оси ординат соответствующее ему значение оптической плотности.

Проведение анализа. 1 г карбамида взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, приливают 150–200 мл воды, 10 мл 20 %-ного раствора соляной кислоты и перемешивают 10–15 мин. Затем доводят объем раствора водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

5 мл полученного фильтрата переносят в мерную колбу вместимостью 25 мл, прибавляют 5 мл раствора *п*-диметиламинобензальдегида, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора по отношению к раствору сравнения. По полученной оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят содержание амидного азота в миллиграммах.

Обработка результатов. Содержание амидного азота (x, %) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot 5 \cdot H},$$

где a — количество амидного азота, найденное по градуировочному графику, мг; Н — навеска анализируемого продукта, г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ В КОРМОВЫХ ФОСФАТАХ АЗОТА, ФОСФОРА И КАЛЬЦИЯ, РАСТВОРИМЫХ В 0,4 %-ной СОЛЯНОЙ КИСЛОТЕ

При контроле качества кормовых фосфатов содержание питательных элементов, растворимых в 0,4 %-ном растворе соляной кислоты, определяют объемными и фотометрическими методами.

Приборы, материалы, реактивы. Весы аналитические, погрешность взвешивания не более 0,0002 г.

Колбы мерные вместимостью 250, 1000 мл (по ГОСТ 1770–74).

Воронка стеклянная (по ГОСТ 8613–75).

Ступка (по ГОСТ 9147–73).

Фильтры ФОБ (по ГОСТ 12026–76).

Кислота соляная (по ГОСТ 3118–77).

Вода дистиллированная (по ГОСТ 6709–72).

Подготовка к анализу. Кислота соляная, 0,4 %-ный раствор: 8,6 мл концентрированной соляной кислоты осторожно небольшими порциями при постоянном перемешивании наливают в воду в мерную колбу вместимостью 1 л. После охлаждения доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

1 г анализируемого продукта взвешивают на аналитических весах, помещают в ступку, смачивают 0,4 %-ным раствором соляной кислоты и тщательно растирают. Растертую массу количественно смывают тем же раствором HCl через воронку в мерную колбу вместимостью 250 мл. Ступку, пестик и воронку ополаскивают тем же раствором HCl, присоединяя его к содержимому колбы. Для количественного перенесения используют около 200 мл раствора HCl. Колбу закрывают пробкой и взбалтывают 30 мин на аппарате для встряхивания. Затем объем раствора доводят водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата.

Полученный фильтрат используют для определения в нем

фосфора, азота или кальция, применяя описанные выше методы анализа. Для этого из фильтрата отбирают аликвоты, позволяющие, не изменяя стандартных растворов для построения градуировочных графиков и концентраций титрованных растворов, определить указанные элементы с необходимой точностью.

Из общего объема солянокислого раствора кормовых фосфатов (250 мл) на анализ следует отбирать: для определения фосфора 1 мл; для определения азота 3—5 мл и для определения кальция 2 мл.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ КАРБАМИДА

Показателем растворимости принято считать количество карбамида, перешедшее в раствор через 30, 60 и 90 мин.

За общее содержание принимают количество карбамида, перешедшее в водный экстракт через 120 мин.

Приборы, материалы, реактивы. См. раздел "Спектрофотометрическое определение амидного азота в карбамиде".

Проведение анализа. Из среднего образца отбирают навеску 20 г карбамидного концентрата, помещают в колбу вместимостью 1000 мл, заливают 500 мл дистиллированной воды и перемешивают круговыми движениями в течение 10 с. Перемешивание повторяют после каждого отбора экстракта.

По истечении 30, 60, 90 и 120 мин из колбы при помощи пипетки берут по 5 мл экстракта над осадком и переносят в колбы вместимостью 50 мл с притертыми пробками. Соответственно времени отбора экстракты обозначают A_1, A_2, A_3, A_4. После отбора экстракта через 120 мин в каждую колбу добавляют по 0,4 мл 20%-ной HCl и 5 мл раствора *п*-диметиламинобензальдегида, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Одновременно готовят шкалу образцовых растворов, отбирая в колбы вместимостью 50 мл объемы раствора А, указанные в таблице 15.

Таблица 15

Номер колбы	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора А, мл	0	2	6	10	14	18	22	26
Содержание азота, мг/50 мл	0	2	6	10	14	18	22	26

Через 15 мин определяют оптическую плотность окрашенных растворов при длине волны 420 нм в кюветах с основой

10 мм. Раствором сравнения служит нулевой раствор шкалы. Строят градуировочный график, где на оси абсцисс откладывают содержание азота в растворе в мг/50 мл, а на оси ординат — его оптическую плотность.

Обработка результатов. По графику находят содержание азота в экстрактах (x_1, x_2, x_3, x_4). Содержание азота при 120 мин экстрагирования принимают за 100 % и по отношению к нему находят процент растворимости карбамида через 30, 60, 90 мин ($y_1, y_2, y_3, \%$):

$$y_1 = \frac{x_1 \cdot 100}{x_4}.$$

Аналогично находят y_2 и y_3.

Полученные данные сравнивают с нормативным показателем растворимости карбамида в воде в соответствии с приведенной таблицей 16.

Таблица 16

Время	Растворимость карбамида в воде, %
Через 30 мин	Не более 50
" 60 "	" " 80
" 90 "	" " 95

СПОСОБЫ РАСЧЕТА ОБЩЕЙ (ЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ) ПИТАТЕЛЬНОСТИ КОРМОВ

В Советском Союзе общую питательность кормов рассчитывают в овсяных кормовых единицах (ОКЕ) для всех видов животных и в обменной энергии для птицы.

Результаты исследований последнего десятилетия показали, что общую питательность кормов можно рассчитать по их химическому составу, не прибегая к справочным коэффициентам переваримости, а путем использования разработанных уравнений регрессии или формул.

Особенно хорошие результаты были получены, когда в качестве исходных данных в формулах использовалась энергия сырого протеина, сырого жира и безазотистых экстрактивных веществ.

Средние данные общей питательности кормов, рассчитанные по формулам и общепринятым в зоотехнии способам, характеризуются хорошей сходимостью результатов.

Используя полученные формулы, можно значительно сокра-

тить время расчета общей питательности кормов и существенно повысить воспроизводимость результатов этих расчетов.

1. Расчет овсяных кормовых единиц по уравнениям регрессии (формулам)

Расчет энергетической питательности кормов проводится на основании результатов полного зоотехнического анализа и энергетических коэффициентов сырых питательных веществ.

Энергетическая питательность кормов определяется в овсяных кормовых единицах, рассчитанных по уравнениям регрессии (формулам) следующего вида: $y = A \cdot x$,

где y – общая (энергетическая) питательность 1 кг корма в кормовых единицах; A – расчетные коэффициенты, установленные для каждого вида корма; x – сумма энергии органических веществ корма, за исключением клетчатки.

$$\frac{5{,}6 \cdot П + 9{,}3 \cdot Ж + 4{,}3\ БЭВ}{1000}.$$

Уравнение $y = A \cdot x$ можно представить в следующем виде:

$$y = \frac{5{,}6 \cdot П + 9{,}3 \cdot Ж + 4{,}3\ БЭВ}{1000} \cdot A,$$

где П – содержание сырого протеина, г/кг; Ж – содержание сырого жира, г/кг; БЭВ – содержание безазотистых экстрактивных веществ, г/кг; 1000 – перевод результатов в мегакалории, Мкал.

Энергетические коэффициенты сырых питательных веществ: протеин в 1 г – 5,6 ккал, жир в 1 г – 9,3 ккал, БЭВ в 1 г – 4,3 ккал. Рассмотрены и одобрены комиссией экспертов продовольственной и сельскохозяйственной организации при ООН Э. У. Кремптон, А. Э. Харрис (М., Колос, 1972).

Для разных видов кормов кормовые единицы рассчитываются по следующим уравнениям регрессии:

Трава –	$y = 0{,}262 \cdot x$	Концкорма –	$y = 0{,}310 \cdot x$
Сено –	$y = 0{,}210 \cdot x$	Корнеклубнеплоды –	$y = 0{,}340 \cdot x$
Травяная мука –	$y = 0{,}232 \cdot x$	Веточный корм –	$y = 0{,}111 \cdot x$
Солома –	$y = 0{,}150 \cdot x$	Жом (сухой и влажный) –	$y = 0{,}295 \cdot x$
Мякина –	$y = 0{,}193 \cdot x$	Молоко –	$y = 0{,}482 \cdot x$
Силос –	$y = 0{,}222 \cdot x$	Пивная дробина –	$y = 0{,}250 \cdot x$
Сенаж –	$y = 0{,}215 \cdot x$	Барда –	$y = 0{,}215 \cdot x$

Жмыхи и шроты $y = 0{,}268 \cdot x$ Патока $y = 0{,}270 \cdot x$

Пример. В корме (сено посевное) содержится: 89 г/кг сырого протеина, 21 г/кг сырого жира, 432 г/кг БЭВ.

Расчет энергии органических веществ корма (за исключением клетчатки) проводится по формуле:

$$x\text{Мкал} = \frac{5{,}6 \cdot П + 9{,}3 \cdot Ж + 4{,}3 \cdot БЭВ}{1000},$$

где П – сырой протеин, г/кг; Ж – сырой жир, г/кг; БЭВ безазотистые экстрактивные вещества, г/кг;

$$\text{или} \quad \frac{5{,}6 \cdot 89{,}0 + 9{,}3 \cdot 21{,}0 + 4{,}3 \cdot 432}{1000} = \frac{2551{,}3 \text{ ккал}}{1000} = 2{,}55 \text{ Мкал}$$

(1 Мкал = 10^3 килокалории (ккал) = 10^6 калорий).

Уравнение регрессии для всех видов сена:

$$y = 0{,}210 \cdot x;$$
$$y = 0{,}210 \cdot 2{,}55 \text{ Мкал} = 0{,}53 \text{ кг/кг корм. ед.}$$

Таким образом, питательность сена равна 0,53 корм. ед. в 1 кг.

Умножив расчетные коэффициенты на энергетические, можно получить уравнения, позволяющие сократить процесс расчета.

Для травы $$y = \frac{1{,}467 \cdot П + 2{,}437 \cdot Ж + 1{,}127 \cdot Б}{1000}.$$

Для сена $$y = \frac{1{,}176 \cdot П + 1{,}953 \cdot Ж + 0{,}903 \cdot Б}{1000}.$$

Для соломы $$y = \frac{0{,}840 \cdot П + 1{,}395 \cdot Ж + 0{,}645 \cdot Б}{1000}.$$

Для мякины $$y = \frac{1{,}081 \cdot П + 1{,}795 \cdot Ж + 0{,}830 \cdot Б}{1000}.$$

Для травяной муки $$y = \frac{1{,}299 \cdot П + 2{,}158 \cdot Ж + 0{,}998 \cdot Б}{1000}.$$

Для силоса $y = \frac{1{,}243 \cdot П + 2{,}065 \cdot Ж + 0{,}955 \cdot Б}{1000}$,

Для сенажа $y = \frac{1{,}204 \cdot П + 1{,}999 \cdot Ж + 0{,}925 \cdot Б}{1000}$.

Для концентратов $y = \frac{1{,}736 \cdot П + 2{,}883 \cdot Ж + 1{,}333 \cdot Б}{1000}$.

Для шрота хлопкового $y = \frac{1{,}512 \cdot П + 2{,}511 \cdot Ж + 1{,}161 \cdot Б}{1000}$.

Для корнеклубнеплодов $y = \frac{1{,}904 \cdot П + 3{,}162 \cdot Ж + 1{,}462 \cdot Б}{1000}$.

Для жмыхов и шротов в среднем $y = \frac{1{,}501 \cdot П + 2{,}492 \cdot Ж + 1{,}152 \cdot Б}{1000}$.

Для жома (сухой и влажный) $y = \frac{1{,}652 \cdot П + 2{,}744 \cdot Ж + 1{,}269 \cdot Б}{1000}$.

Для пивной дробины $y = \frac{1{,}400 \cdot П + 2{,}325 \cdot Ж + 1{,}075 \cdot Б}{1000}$,

Для молока $y = \frac{2{,}699 \cdot П + 4{,}483 \cdot Ж + 2{,}073 \cdot Б}{1000}$.

Для барды $y = \frac{1{,}204 \cdot П + 1{,}999 \cdot Ж + 0{,}925 \cdot Б}{1000}$.

Для патоки $y = \frac{1{,}512 \cdot П + 2{,}512 \cdot Ж + 1{,}161 \cdot Б}{1000}$.

2. Расчет кормовых единиц с учетом требований основного стандарта $\frac{ОСТ}{ВКС} - 6333$

Под кормовой единицей понимается питательность 1 кг овса, равная 0,6 крахмального эквивалента О. Кельнера и применяемая для измерения питательной ценности кормовых средств.

Для определения питательной ценности кормовых средств

в овсяных кормовых единицах необходимо провести следующее.

Химический анализ кормового средства; определить первоначальную и гигроскопическую влажность, золу, сырой жир, сырую клетчатку, сырой протеин.

Вычислить:

а) безазотистые экстрактивные вещества (БЭВ);

б) количество переваримых питательных веществ кормового средства;

в) продуктивное действие питательных веществ;

г) продуктивное действие в кормовых единицах.

Химический анализ кормовых средств по вышеперечисленным показателям проводится по инструкции для лабораторий Государственной агрохимической службы по анализам кормов.

Коэффициент переваримости находят в справочной литературе (Томмэ М. Ф. Корма СССР. М., 1964; Томмэ М. Ф. и др. Корма СССР. М., 1970. Корма Татарской АССР, их состав и питательность. Казань, 1975. М. А. Кармановская. Химический состав и питательность кормов Казахстана. Алма-Ата, 1962).

При выборе коэффициентов переваримости из справочных материалов необходимо учитывать химический состав проанализированного корма и прежде всего содержание сырой клетчатки в нем. Выбирают коэффициенты корма, наиболее приближающегося к проанализированному по содержанию клетчатки.

Переваримые питательные вещества рассчитывают путем умножения сырых питательных веществ на коэффициенты переваримости.

Для расчета продуктивного действия переваримых питательных веществ кормов используют экспериментально установленные коэффициенты жироотложения О. Кельнера:

1 кг переваримого протеина	–	235 г жира
1 " " крахмала	–	248 " "
1 " переваримой клетчатки	–	248 " "
1 " переваримого жира грубых кормов	–	474 " "
1 " зерновых кормов и их продуктов	–	526 " "
1 " семян масличных жмыха и шротов	–	598 " "

Такое отложение жира было получено при добавлении к основному рациону питательных веществ в чистом виде. Продуктивное действие питательных веществ кормов, как правило, не совпадает с предполагаемым продуктивным действием, рассчитанным на основании ранее приведенных опытов.

Поэтому в расчеты вносят поправку, величина которой зависит от содержания сырой клетчатки в корме.

Константы понижения жироотложения

На 1 кг сырой клетчатки в грубых кормах (сено, солома, шелуха хлопковая, травяная и сенная мука)	– 143 г жира
На 1 кг сырой клетчатки мякины	– 72 " "
На 1 кг сырой клетчатки в зеленом корме* с содержанием последней 14 % и выше	– 131 " "
На 1 кг сырой клетчатки в зеленом корме* с содержанием последней от 10 до 14 %	– 107 " "
На 1 кг сырой клетчатки в зеленом корме* с содержанием последней ниже 10 %	– 82 " "

* В том числе силос и сенаж.

Для силоса, приготовленного из грубых стеблей после уборки спелого зерна (соломы), скидку на клетчатку нужно брать, как для грубого корма.

Для внесения поправки на клетчатку при расчете концентрированных кормов и корнеклубнеплодов принято использовать коэффициент полноценности.

Рассчитанную величину жироотложения делят на 150 (продуктивная ценность 1 кг овса) и получают количество кормовых единиц корма.

Пример 1. Расчет питательности травяной резки злаково-бобовой.

Содержание сырого протеина, жира, клетчатки, БЭВ (в г/кг) корма умножают на коэффициенты переваримости для данного корма. В результате получают количество переваримых веществ в 1 кг корма (табл. 17).

Таблица 17

Состав корма	Химический состав, г/кг	Коэффициент переваримости	Переваримых веществ в 1 кг корма
Протеин	131,6	67	88,17
Жир	35,0	54	18,90
Клетчатка	195,0	53	103,3
БЭВ	474,0	68	322,59

Далее количество переваримых белка, жира, клетчатки и БЭВ умножают на соответствующие показатели продуктивного действия – константы жироотложения, таким образом, находим так называемое ожидаемое жироотложение – сумму этих произведений:

протеин – 0,235 • 88,17 = 20,72
жир – 0,474 • 18,90 = 8,96

клетчатка	– 0,248 • 103,3	= 25,60
БЭВ	– 0,248 • 322,59	= 80,00
		135,30

Ожидаемое жироотложение – 135,30.

Из полученной суммы произведений вычитают поправку на содержание сырой клетчатки.

Поправка на клетчатку:

1000 г сырой клетчатки снижает 143 г жироотложений;

195 г сырой клетчатки снижает x г жироотложений;

$$x = \frac{143 \cdot 195}{1000} = 27{,}885.$$

Фактическое жироотложение с учетом поправки на клетчатку составит: 135,30 – 27,88 = 107,12.

Затем полученную величину жироотложения делят на 150 (продуктивная ценность 1 кг овса), в результате получится количество кормовых единиц в 1 кг корма:

$$107{,}12 : 150 = 0{,}71.$$

Таким образом, 1 кг травяной резки имеет питательность 0,71 корм. ед.

Пример 2. Расчет питательности пшеничных отрубей.

Рассчитывают количество переваримых веществ корма (табл. 18).

Таблица 18

Состав корма	Химический состав, г/кг	Коэффициент переваримости	Переваримых веществ в 1 кг корма
Сырой протеин	158,7	80	126,96
Сырой жир	18,6	73	13,58
Сырая клетчатка	49,0	30	14,7
БЭВ	487,6	85	414,46

Проводят расчет ожидаемого жироотложения, умножив количество переваримых протеина, жира, клетчатки, БЭВ на соответствующие константы жироотложения:

протеин	– 0,235 • 126,96	= 29,83
жир	– 0,526 • 13,58	= 7,14
клетчатка	– 0,248 • 14,7	= 3,64
БЭВ	– 0,248 • 414,46	= 102,80

Ожидаемое жироотложение равно 143,41.

Вносят поправку на коэффициент полноценности: ожидаемое жироотложение умножают на коэффициент полноценности корма, получают истинное или фактическое отложение жира.

Коэффициент полноценности отрубей пшеничных 79 %. $\frac{143{,}41 \cdot 79}{100}$ = 113,29 кг. Общая питательность 1 кг отрубей пшеничных равна: 113,29 кг : 150 кг = 0,755 кг корм. ед.

3. Расчет содержания в корме обменной энергии для птицы

Для определения энергетической питательности рационов в птицеводстве, как правило, используют калорийность рациона, представленную в показателях обменной энергии.

Сущность расчета обменной энергии. По данным химического состава и коэффициентов переваримости рассчитывают содержание переваримого протеина, жира, БЭВ и клетчатки. Затем, используя калорические коэффициенты Титуса, рассчитывают содержание обменной энергии питательных веществ корма. Из общего количества обменной энергии вычитают энергию непереваренной клетчатки.

Энергетический эквивалент для переваримой клетчатки для всех видов кормов равен 4,2 ккал.

Энергетические эквиваленты переваримых протеина, жира и БЭВ приведены в таблице 19.

Таблица 19

Корма	Энергетический эквивалент
	Переваримый протеин, ккал в 1 г
Животные продукты	4,35
Яйца	4,35
Непищевая рыба, мясо	4,25
Молоко	4,40
Зерно (ячмень, пшеница, овес, рожь, просо)	4,00
Кукуруза, сорго	4,40
Рис	4,10
Пшеничные отруби	4,20
Бобовые	4,30
Люцерна	3,65
Соя	3,90
Подсолнечник (зерно)	3,40
	Переваримый жир, ккал в 1 г
Мясо и непищевые рыбные продукты	9,33
Молочные продукты	9,25
Зерновые	9,11
Животный жир	9,49

Продолжение

Корма	Энергетический эквивалент
	Переваримые БЭВ, ккал в 1 г
Зерновые	4,2
Бобовые	4,0
Мясо и непищевые рыбные продукты	3,9
Люцерна и зелень бобовых	3,8
Молочные продукты	3,7

Делается скидка на неперевариму́ю часть клетчатки по 0,34 ккал на каждый грамм.

Пример расчета энергетической питательности овсяной дерти для кур (табл. 20).

Таблица 20

Состав корма	Химический состав, г/кг (по опытам на курах)	Коэффициент переваримости, %	Переваримые питательные вещества, г/кг
Протеин	112,0	82	91,8
Жир	48,0	93	44,6
Клетчатка	103,0	70	72,1
БЭВ	586,0	69	404,3

Используя калорические коэффициенты для питательных ингредиентов зерна, находят обменную энергию (ОЭ):

ОЭ = 4,00 · 91,8 + 9,11 · 44,6 + 4,2 · 404,3 + 4,2 · 72,1 = = 367,2 + 406,3 + 1698,1 + 302,8 = 2774,4 ккал.

Затем рассчитывают поправку на клетчатку:

в корме содержится 103,0 г/кг сырой клетчатки. Как показали подсчеты (табл. 18), из этого количества переваривается 72,1 г, остальные 30,9 г (103 – 72,1 = 30,9) остаются неперевареннными, что равно 30,9 × 0,34 = 10,5 ккал.

Таким образом, в корме за вычетом энергии неперевареной клетчатки содержится: 2774,4 – 10,5 = 2763,9 ккал обменной энергии.

В настоящее время наиболее удобным и эффективным считается нормирование питательных веществ на 100 г кормовой смеси, а не на одну голову птицы.

Поэтому энергетическая питательность рассчитывается на 100 г корма: 2763,9 : 10 = 276,4 ккал в 100 г.

Расчет обменной энергии для птицы по уравнениям регрессии (формулам). В респирационных опытах на птицах под ру-

ководством И. Т. Маслиева было установлено, что 1 корм. ед. эквивалентна в среднем 2,49 Мкал обменной энергии.

С использованием этого энергетического коэффициента пересчитаны уравнения регрессии (КЕФ) в обменную энергию.

Для ускоренного расчета общей питательности кормов в обменной энергии можно использовать следующие уравнения регрессии:

Травяная мука	$y = 0{,}578 \cdot x$
Жмыхи и шроты	$y = 0{,}667 \cdot x$
Концкорма в среднем	$y = 0{,}771 \cdot x$
Жом (сухой и влажный)	$y = 0{,}734 \cdot x$
Молоко	$y = 1{,}200 \cdot x$

Расчет питательности в обменной энергии по формулам тот же, что приведен в разделе 1 "Расчет овсяных кормовых единиц по уравнениям регрессии".

Пример расчета обменной энергии овсяной дерти для кур по уравнениям регрессии.

1. В корме (овсяная дерть) содержится 112 г/кг сырого протеина, 48 г/кг сырого жира, 586 г/кг БЭВ.

Расчет энергии органических веществ корма (за исключением клетчатки):

$$\text{ОЭ} = \frac{5{,}6 \cdot 112 + 9{,}3 \cdot 48 + 586 \cdot 4{,}3}{1000} = \frac{627{,}2 + 446{,}4 + 2519{,}8}{1000} =$$

$$= \frac{3593{,}4}{1000} = 3{,}593 \text{ Мкал.}$$

2. По уравнению регрессии для концкормов рассчитывают обменную энергию: $y = 0{,}771 \cdot x$. $y = 0{,}771 \cdot 3{,}593 =$ $= 2{,}770$ Мкал = 2770 ккал обменной энергии в 1 кг корма. В 100 г корма 277 ккал.

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

Введение 3
Отбор проб кормов 4
Определение первоначальной влажности 15
Определение гигроскопической влажности 16
Определение сырой золы 17
Подготовка исходного раствора золы для определения фосфора, кальция, магния, калия, натрия и других зольных элементов 19
Ванадомолибдатный метод определения фосфора 19
Трилонометрическое определение кальция с флуореконом 21
Определение натрия на пламенном фотометре 23
Определение кальция на пламенном фотометре . . . . . .
Определение общего азота . . . . . .
Определение азота, фосфора, калия и кальция из одной навески растительного материала или корма . . . . . .
Определение азота фотоколориметрическим методом с использованием реакции индофенольной зелени 33
Определение фосфора 36
Определение калия 38
Определение кальция комплексонометрическим методом в растворах после мокрого озоления 39
Определение кальция методом пламенной фотометрии 39
Определение сырой клетчатки 42
Определение сырого жира в кормах 44
Определение низших жирных кислот в силосе методом Леппера—Флига 46
Определение растворимых и легкогидролизуемых (легкоферментируемых) углеводов в кормах из одной навески 48
Определение сырой клетчатки и углеводов в кормах из одной навески 54
Определение каротина по Цирелю 55
Определение содержания азота в карбамиде 58
Спектрофотометрическое определение амидного азота в карбамиде 60
Определение в кормовых фосфатах азота, фосфора и кальция, растворимых в 0,4 %-ной соляной кислоте 62
Определение растворимости карбамида 63
Способы расчета общей (энергетической) питательности кормов . . . 64

gost.e-ecolog.ru