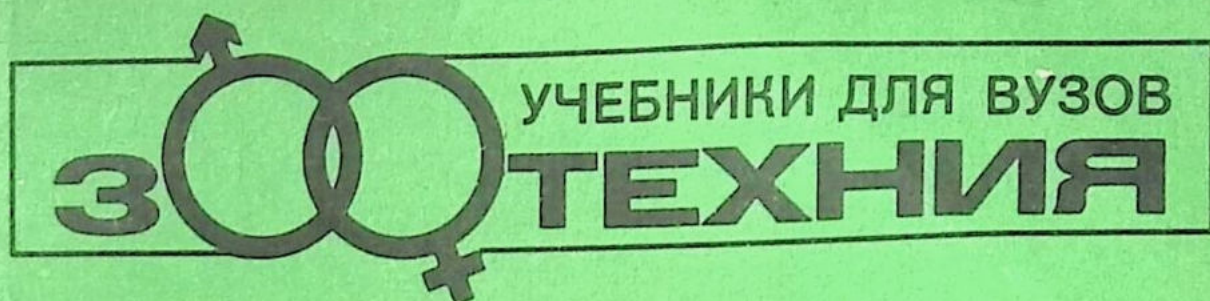




ЗООТЕХНИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ КОРМОВ

УЧЕБНИКИ И УЧЕБНЫЕ ПОСОБИЯ ДЛЯ СТУДЕНТОВ
ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ

ЗООТЕХНИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ КОРМОВ

Допущено Управлением высшего и среднего специального образования Государственного агропромышленного комитета ~~СССР~~ в качестве учебного пособия для студентов высших учебных заведений по специальности «Зоотехния» и «Ветеринария».

(2-е ИЗДАНИЕ, ДОПОЛНЕННОЕ
И ПЕРЕРАБОТАННОЕ)



МОСКВА ВО «АГРОПРОМИЗДАТ» 1989

ББК 45.45

3-85

УДК 636.085.33(075.8)

Авторы: Е. А. Петухова, Р. Ф. Бессарабова, Л. Д. Халенева,
О. А. Антонова

Редактор: Г. И. Жижикина

Рецензенты: доктор сельскохозяйственных наук, профессор
А. И. Свеженцов, доктор сельскохозяйственных
наук, профессор Л. И. Зинченко

Зоотехнический анализ кормов/Е. А. Петухова,
3-85 Р. Ф. Бессарабова, Л. Д. Халенева, О. А. Анто-
нова.— 2-е изд., доп. и перераб.— М.: Агропром-
издат, 1989.— 239 с.: ил.— (Учебники и учеб. пособия
для студентов высш. учеб. заведений).

ISBN 5—10—000728—1

В учебном пособии приводятся современные методы ана-
лиза кормов для определения содержания влаги, азотистых
веществ, жира, углеводов, золы, микро- и макроэлементов,
энергетической питательности. По сравнению с первым изда-
нием (1981) во второе включены методы контроля состояния
обмена веществ в организме животных.

Для студентов по специальностям «Зоотехния» и «Вете-
ринария».

З $\frac{3705010000-182}{035(01)-89}$ 240—89

ББК 45.45

ISBN 5—10—000728—1

© Издательство «Колос», 1981

© ВО «Агропромиздат», 1989,
с изменениями

ВВЕДЕНИЕ

Полноценное кормление сельскохозяйственных животных — одно из основных условий повышения их продуктивности и увеличения производства продуктов животноводства. Для организации полноценного кормления животных наряду с созданием прочной кормовой базы необходима детальная характеристика качества кормов, производимых в колхозах и совхозах. Качество кормов оценивают по органолептическим признакам и химическому составу. Знание химического состава кормов и норм потребности животных в различных питательных веществах необходимо для организации рационального кормления животных.

Перевод производства продуктов животноводства на промышленную основу, создание крупных животноводческих ферм и комплексов по производству молока и мяса, а также крупных птицефабрик предъявляют особые требования к кормам и кормовой базе.

При промышленных методах производства продукции высокой продуктивности сельскохозяйственных животных можно добиться лишь при научно обоснованном их кормлении. С повышением продуктивности животных возрастают также требования к полноценности рационов по всем питательным и биологически активным веществам. Увеличение числа контролируемых показателей питательности рациона с 5—6 до 20—50 и более привело к необходимости разработки и постепенного перехода к новой системе оценки питательности кормов и нормирования питательных веществ по их концентрации в 1 корм. ед. или в 1 кг сухого вещества рациона.

Только полноценным кормлением можно обеспечить хорошее состояние здоровья, нормальные воспроизводительные функции, высокую продуктивность животных и эффективное использование ими кормов. Полноценность кормления зависит от правильного установления потребностей животных в питательных веществах, количества нор-

мируемых показателей, химического состава, питательности и качества кормов, а также от соответствия поступления питательных веществ потребностям животных, доступности и усвоения ими питательных веществ рациона и наличия запасных веществ в тканевых депо организма.

С ростом продуктивности животных увеличиваются случаи заболеваний, связанные с нарушением обмена веществ (остеодистрофия, кетозы, гиповитаминозы и др.). Нормальный уровень обмена веществ поддерживается при поступлении в организм белков, жиров, углеводов, минеральных веществ и витаминов в соответствии с физиологическими потребностями животных.

При малейших нарушениях технологии промышленного животноводства в условиях резко возрастающих физиологических нагрузок на животных создаются предпосылки для воздействия на организм стрессовых факторов, что неблагоприятно отражается на их здоровье. В молочном скотоводстве это приводит к увеличению заболеваний коров кетозами, гиповитаминозами, остеодистрофией и другими болезнями. В результате хозяйствам наносится существенный экономический ущерб из-за сокращения до 2—4 лет использования наиболее ценных животных, снижения на 30—50 % и более их молочной продуктивности, вынужденной выбраковки, увеличения яловости маточного поголовья и других причин.

Активная форма плановой профилактики — диспансеризация животных, при которой наряду с их клинико-физиологическими, биохимическими и морфологическими исследованиями контролируются качество и химический состав кормов, сбалансированность и полноценность рационов. Данные о кормах и кормлении животных используются в хозяйстве при разработке целенаправленной профилактики.

В этой работе большую роль играют ветеринарные и агрохимические лаборатории. Специалисты биохимических отделов ветеринарных лабораторий проводят исследования кормов, органов и тканей животных, определяют доброкачественность кормов и полноценность кормления. Результаты таких исследований становятся руководством для специалистов хозяйств по улучшению кормления и предупреждению заболеваний животных, возникающих из-за неполноценного кормления. В крупных птицеводческих хозяйствах организованы зоотехнические лаборатории, осуществляющие контроль за питательностью кормов.

В системе государственной агрохимической службы мас-

совыми исследованиями качества и питательности кормов занимаются свыше 200 зональных лабораторий (ЗАЛ), обслуживающих колхозы и совхозы. Результаты исследования кормов используют при организации научно обоснованного кормления сельскохозяйственных животных.

Доказано, что при организации полноценного кормления животных разных видов необходимо нормировать от 15—20 до 40—50 показателей, в том числе сухое вещество, энергию (в корм. ед. или мегаджоулях), сырой или переваримый протеин, растворимые его фракции, незаменимые или лимитирующие аминокислоты (10—11 или 3—4), углеводный комплекс (сырая клетчатка, сахара, крахмал), сырой жир, некоторые жирные кислоты (для птицы), сырую золу и входящие в ее состав минеральные элементы (кальций, фосфор, магний, калий, натрий, сера, железо, медь, цинк, марганец, кобальт, йод), а также витамины А, D, E, комплекса В и др.

Расчет оптимальных рационов, сбалансированных по всем нормируемым показателям питательности (детализированные нормы), с учетом стоимости и фактической питательности кормов часто становится невозможным без электронно-вычислительных машин (ЭВМ). Использование ЭВМ дает возможность оперативно изменять рационы в зависимости от наличия кормов в хозяйстве и химического состава, соблюдения при этом требования к полноценности и сбалансированности рациона по большому количеству нормируемых показателей питательности. При расчете рационов в хозяйствах той или иной зоны страны целесообразно учитывать тип кормления и важнейшие факторы химического состава кормов, лимитирующие полноценность питания животных. Применение рационов, составленных на ЭВМ на основе детализированных норм кормления и фактической питательности кормов, обеспечивает повышение продуктивности животных на 10—15 % при снижении затрат кормов на получение единицы продукции на 10—20 %.

Задача зоотехнического анализа — определить содержание питательных веществ в кормах. Методами такого анализа определяют группу питательных веществ, содержащихся в кормах совместно с примесями. По этой системе группового анализа корм разделяют на шесть фракций: влага, сырая зола, сырой протеин, сырой жир, сырая клетчатка и безазотистые экстрактивные вещества (БЭВ).

Эта схема анализа кормов была разработана более 100 лет назад немецким ученым Геннебергом. Хотя его метод

не отвечает современным требованиям, он все же дает возможность получить ориентировочную информацию о питательной ценности кормов. В настоящее время полученные по этой схеме сведения лаборатории дополняют новыми данными о химическом составе кормов.

Количество анализируемых показателей химического состава кормов зависит от требований практики кормления сельскохозяйственных животных, возможностей лаборатории и стоимости анализа кормов.

Настоящее пособие по зоотехническому анализу кормов служит руководством для студентов зооинженерного, ветеринарного и ветеринарно-биологического факультетов при выполнении ими лабораторных заданий, а также в период учебно-исследовательской работы и самостоятельных исследований, проводимых в студенческом научном кружке.

ВЗЯТИЕ СРЕДНЕЙ ПРОБЫ КОРМОВ

Основные понятия и требования к отбору проб кормов. При анализе кормов большое значение имеет правильный отбор средней пробы. По химическому составу и основным свойствам средний образец должен быть по возможности точной копией всей партии корма.

Согласно требованиям соответствующих стандартов на корма, принята определенная терминология. Так, партией считают любое количество однородного корма, например сена одного вида и класса, комбикорма, изготовленного по одному рецепту, предназначенное к одновременному приему, отгрузке, сдаче или хранению.

Выемка, или разовая проба, — небольшое количество корма, отобранное от партии за один прием для составления исходного образца.

Исходный образец (общая проба) — совокупность всех выемок от одной партии корма, взятых из разных мест хранения, скирды, вагона и т. д.

Среднюю пробу, или образец, отбирают из исходного образца после тщательного его перемешивания. Из средней пробы корма для определения отдельных его показателей качества берут точные навески.

На отбираемую для анализа среднюю пробу корма оформляют паспорт, в котором указывают сведения о хозяйстве, районе, области, отделении и бригаде, а также о ботаническом составе, фазе вегетации (для сена, сенажа и др.), технологии, сроках приготовления и основных показателях органолептической оценки. По завершении лабораторных анализов в паспорта вносят результаты исследований качества кормов и данные о содержании в нем питательных веществ.

Взятие средней пробы сена. Среднюю пробу сена, закладываемого на хранение в совхозах и колхозах, отбирают по окончании его заготовки, но не позднее чем через

30 суток после закладки сена в стога, скирды, сараи. Разовые пробы из непрессованного сена (по 200—250 г с каждого места) отбирают вручную или пробоотборником. От партии непрессованного сена массой до 25 т отбирают 20 разовых проб, от каждой последующих 5 т сена — 4 разовые пробы.

От партии прессованного сена массой до 15 т отбирают пробы от 3 % тюков, количество которых должно быть не менее 5. Если масса партии сена превышает 15 т, но не более 50 т, то пробу сена берут от 1 % тюков, общее количество которых должно быть не менее 15. От каждого отобранного тюка прессованного сена отбирают разовые пробы. Для этого с тюка снимают проволоку или шпагат, затем осторожно, чтобы не происходило разрыва трав и образования трухи, отбирают из каждого тюка по одному пласту: из первого тюка — поверхностный пласт, из второго — следующий и т. д. Общая проба может быть довольно большой по массе (но не менее 5 кг). В таком случае для получения средней пробы сена все разовые пробы объединяют, помещают на брезенте размером 2×2 м и осторожно перемешивают, избегая ломки растений и образования трухи. Затем для анализа берут образец массой не менее 1 кг, для чего не менее чем из 10 различных мест смешанного на брезенте сена отбирают пучки по 90—100 г. При этом образовавшуюся при смешивании сена труху и мелкие части растений тоже включают в среднюю пробу.

Сено средней пробы закатывают в плотную бумагу так, чтобы не поломать растения.

Для определения влажности сена пробу массой 300 г отбирают отдельно и помещают в стеклянную банку с притертой пробкой. Отобранные таким образом пробы направляют в лабораторию. На пакет и банку с пробами сена наклеивают этикетку с указанием хозяйства, района, области, отделения, бригады, звена, номера поля и участка, ботанического состава трав, фазы их вегетации, даты скашивания, технологии приготовления и способа хранения, номера скирды (хранилища), даты укладки сена и сдачи его на хранение, а также даты отбора на анализ. На этикетке должны быть также подписи лиц, ответственных за заготовку, хранение и отбор пробы.

Поступившее в лабораторию сено записывают в регистрационную книгу, описывают результаты его осмотра: внешний вид, ботанический состав, цвет, запах, признаки порчи, наличие примесей (земли, металлических и др.).

Взятие средней пробы силоса и сенажа. Пробы силоса и сенажа берут из мест хранения (башни, траншеи, ямы), заполненных однородным сырьем. Если силос или сенаж приготовлен не из однородных растений, то среднюю пробу составляют для каждого вида сырья, занимающего не менее $\frac{1}{4}$ объема башни или траншеи.

Пробы для анализа отбирают из траншей не позднее чем за 10 дней, из башен — не позднее чем за 5 дней до скармливания животным или передачи другим хозяйствам, но не ранее чем через 4 недели после закладки сенажа (силоса) на хранение и окончания процесса консервирования.

Для отбора проб сенажа из траншей и башен применяют ручные пробоотборники следующих конструкций: Ленинградской областной агрохимической лаборатории; ВНИИ кормов имени В. Р. Вильямса; с электрическим приводом НПО «Агроприбор» ПСЭ-1; механический с бензиновым двигателем (ЦИНАО) ПС-1.

Из траншей пробы отбирают на глубине не менее 2 м, при слое сенажа менее 2 м их пробу берут на всю толщину слоя.

Из башен пробы отбирают вначале из верхнего 2-метрового слоя, а после его выемки — из оставшейся части сенажа на глубине не менее 2 м.

Из траншей отбирают три точечные пробы, первую берут в центре одной из наклонных частей на расстоянии 5 м от торцовых сторон сооружений; вторую — в траншеях с прямыми стенами на расстоянии 0,5 м, а в траншеях с наклонными стенами — на расстоянии 1 м от одной из стен в средней части по длине траншей; третью — в центре траншеи. Массу каждой точечной пробы сенажа помещают в отдельный пакет из полимерной пленки.

Из башен при каждом отборе проб также берут три точечные пробы: первую — в центре, вторую — на расстоянии 2 м и третью — на расстоянии 0,5 м от стены башни. Масса каждой точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг. Перед взятием точечных проб сенажа и силоса снимают слой укрытия до пленки. В пробу для анализа не включают силос и сенаж из верхних слоев из траншей на глубине 20 см, а из башни — 50 см. Точечные пробы сенажа из башни объединяют в одну пробу, помещают в пакет из полимерной пленки и тщательно перемешивают.

Пробы сенажа и силоса, взятые из траншей, перемешивают и методом деления квадрата берут часть корма для анализа (около 1 кг).

Объединенную пробу сенажа и силоса перемешивают, определяют цвет, наличие плесени и запах. Результаты записывают в паспорт качества.

В пробу силоса, помещенную в пакет из плотной полимерной пленки или стеклянную банку с герметически закрывающейся крышкой, добавляют 5 мл смеси хлороформа с толуолом в соотношении 1 : 1. Консервант вносят на дно, в середину и сверху пробы. Пакет с пробой завязывают, предварительно вытеснив воздух, банки должны быть полностью заполнены пробой корма.

Проба сенажа должна поступить на исследование в течение 24 ч с момента отбора. До анализа пробы силоса и сенажа хранят в холодильнике. Допускается хранить такие пробы в замороженном виде в течение 24 ч с момента их поступления в лабораторию.

Взятие средней пробы зеленого корма. При отборе средней пробы зеленого корма для химического и ботанического анализа учитывают характер травостоя и рельеф всего изучаемого участка. Если травостой неоднородный, рекомендуется разделить все угодья на однотипные участки. Пробы зеленого корма отбирают в период скармливания его животным или при заготовке сена, травяной резки, сенажа и т. д. Пробы травы берут в сухую погоду после росы и захода солнца. На каждом однотипном угодье выделяют участок площадью 1 га, на котором намечают 10 пробных делянок размером 1 м². С каждой пробной делянки траву скашивают на высоте 3—5 см от земли. Разовые пробы из прокосов каждой делянки берут рукой из 10 мест.

Общую пробу составляют из травы, взятой со всех пробных делянок. Если ее количество превышает 3—4 кг, то из всего исходного образца после его тщательного перемешивания берут среднюю пробу так же, как и среднюю пробу сена. Среднюю пробу зеленого корма тут же взвешивают и помещают в полиэтиленовые пакеты. Масса средней пробы травы должна быть 1,5—2 кг. Поступившую в лабораторию пробу зеленого корма быстро измельчают и по принципу квадрата отбирают для высушивания образец массой 0,5—0,8 кг.

Чтобы остановить ферментативные процессы в клетках растений не позднее чем через 2 ч после взятия средней пробы, траву помещают в сушильный шкаф и выдерживают в нем при температуре 80 °С в течение 30—40 мин. Затем сушат при температуре 60—65 °С, пока разница между смежными взвешиваниями будет не более 0,5 г.

Взятие средней пробы корнеклубнеплодов. Химический состав корнеплодов зависит от величины корней. Поэтому в среднюю пробу для анализа пропорционально отбирают от партии крупные, средние и мелкие корни, причем вначале от каждой партии корнеплодов берут исходный образец. Если в партии до 100 мест (контейнеры, ящики и т. д.), то пробы берут из трех упакованных мест. Если в партии более 100 мест, то в расчете на каждые 50 дополнительных мест пробу берут еще из одного упакованного места.

При хранении свеклы насыпью в качестве образца следует брать из различных слоев (верхнего, среднего, нижнего) примерно следующее количество корней: из партии корнеплодов до 200 кг — 10 кг, от 201 до 500 кг — 20 кг, от 501 до 1000 кг — 30 кг и из партии от 1001 до 5000 кг — 60 кг. Масса средней пробы должна составлять не менее 10% массы исходного образца.

В совхозах и колхозах среднюю пробу корнеплодов берут чаще всего из вскрытых буртов. Для определения химического состава корней неодинаковой величины из разных мест исследуемой партии отбирают подряд 100—150 корней. Их очищают от земли и сортируют на крупные, средние и мелкие. Корни каждой группы взвешивают и определяют их соотношение в образце.

Например, если крупных корней в образце было 35 кг, средних — 30 и мелких — 15 кг, то соотношение их в образце составит 43,8; 37,5 и 18,7 %.

Исходный образец необходимо уменьшить в 10—12 раз, но так, чтобы соотношение крупных, средних и мелких корней в средней пробе оставалось прежним. В лабораторию отсылают 6—8 кг корней.

При исходном образце массой 80 кг крупных корней в среднюю пробу должно войти 3,5 кг, средних — 3 и мелких — 1,5 кг.

Чтобы не снизилась влажность корнеплодов во время их пересылки в лабораторию, при упаковке в ящик их обкладывают влажным мхом или опилками.

Средняя проба картофеля. При взятии средней пробы картофеля число выемок зависит от общего его количества. При поступлении партии картофеля без тары (навалом) на любом виде транспорта (автомшины, повозки, вагоны, баржи) среднюю пробу отбирают от каждой транспортной единицы. Отдельные выемки берут по всей высоте, ширине и длине насыпи из разных мест и сло-

1. Число выемок картофеля, доставленного различным транспортом

Вид транспорта	Число выемок, не менее
Воз, автомашина, тракторная тележка (до 5 т)	5
Двухосный вагон, партия до 20 т	10
Четырехосный вагон, партия от 20 до 60 т	16
Баржа, партия от 60 до 150 т	24

Примечание. При доставке на барже партии картофеля свыше 150 т в расчете на каждые следующие полные и неполные 50 т берут дополнительно пять выемок.

ев (верхнего, среднего, нижнего) через разные промежутки. Число выемок указано в табл. 1.

При хранении картофеля в таре выемки берут, как указано в табл. 2.

Выемки затаренного картофеля берут деревянными совками или отсыпают из верхней, средней и нижней частей упаковок, выделенных для отбора проб. При хранении картофеля навалом, а также в закромах, буртах, траншеях отдельные выемки берут деревянными или роликовыми лопатами. Каждая выемка — не менее 3 кг, а от партий картофеля массой 60 т и выше — не менее 10 кг картофеля.

Отдельные выемки картофеля, взятые из разных мест партии, смешивают и получают среднюю пробу. Если последняя оказалась очень большой, то после тщательного перемешивания картофеля для лабораторного анализа отбирают образец массой 4—5 кг.

Взятие средних проб комбикормов. *Отбор выемок рассыпного комбикорма.* В зависимости от места хранения комбикорма или вида транспорта отбор средней пробы имеет некоторые особенности. При хранении комбикорма на складах выемки (разовые пробы) берут вагонным или амбарным щупом, для чего поверхность комбикорма делят на квадраты площадью примерно по 4—5 м². Выемки делают посередине

2. Число выемок картофеля, хранящегося в таре

Число мест в партии	Количество мест для выемок картофеля, не менее	Число выемок от каждого места
До 20	3	1
От 20 до 50	5	1
От 50 и выше	На каждые следующие полные и неполные 50 единиц выделяют одно место	1

каждого квадрата. При высоте насыпи 0,75 м комбикорм берут из верхнего и нижнего слоев, а при высоте насыпи свыше 0,75 м — из верхнего, среднего и нижнего слоев.

Для выемки комбикорма из грузовых автомашин, воров и небольших насыпей в складах используют щуп с укороченной ручкой, причем берут разовые пробы из пяти различных мест (по схеме конверта), отступая на 0,5 м от края, со всей глубины насыпи.

Если комбикорм находится в закрытых мешках, то разовые пробы берут мешочным щупом из верхних и нижних частей. Щуп вводят желобком вниз, затем поворачивают его на 180° и вынимают (отверстие в ткани мешка заделывают с помощью щупа). Выемки корма берут из 5 % всех мешков данной партии. Мешки, из которых необходимо взять разовые пробы, должны находиться не менее чем в трех местах.

При загрузке комбикорма в вагоны, паромы, баржи или выгрузке его оттуда выемки для средней пробы берут из падающей с транспортных лент струи комбикорма или в других местах его перепада, пересекая струю комбикорма железным ковшом емкостью 0,5 кг через каждые 15 мин (не менее двух выемок за погрузку). При производстве комбикорма на заводах выемки отбирают из-под смесителя после магнитной защиты, пересекая струю комбикорма железным ковшом через каждые 2 ч.

Таким же образом отбирают среднюю пробу травяной муки, отрубей, кормовой муки.

Отбор выемок гранулированного и брикетированного комбикорма. При производстве гранулированных комбикормов или при их погрузке (выгрузке) разовые пробы отбирают путем пересечения струи комбикорма железным ковшом емкостью 0,5 кг. При производстве брикетированного комбикорма в выемку включают отдельные его брикеты при выходе их из мундштука пресса через каждые 2 ч.

Если гранулированные или брикетированные комбикорма затарены в мешки или кули, то разовую пробу берут из 5 % мешков (кулей) данной партии, расположенных не менее чем в трех местах. Мешки расшивают и разовую пробу берут из верхней их части.

Общая масса выемок исходного образца рассыпного, гранулированного и брикетированного комбикорма, помещенного в чистую тару, должна составлять не менее 4 кг.

Среднюю пробу рассыпного и гранулированного комбикорма из исходного образца выделяют путем крестообраз-

1. Число выемок картофеля, доставленного различным транспортом

Вид транспорта	Число выемок, не менее
Воз, автомашина, тракторная тележка (до 5 т)	5
Двухосный вагон, партия до 20 т	10
Четырехосный вагон, партия от 20 до 60 т	16
Баржа, партия от 60 до 150 т	24

Примечание. При доставке на барже партии картофеля свыше 150 т в расчете на каждые следующие полные и неполные 50 т берут дополнительно пять выемок.

ев (верхнего, среднего, нижнего) через разные промежутки. Число выемок указано в табл. 1.

При хранении картофеля в таре выемки берут, как указано в табл. 2.

Выемки затаренного картофеля берут деревянными совками или отсыпают из верхней, средней и нижней частей упаковок, выделенных для отбора проб. При хранении картофеля навалом, а также в закромах, буртах, траншеях отдельные выемки берут деревянными или роликовыми лопатами. Каждая выемка — не менее 3 кг, а от партий картофеля массой 60 т и выше — не менее 10 кг картофеля.

Отдельные выемки картофеля, взятые из разных мест партии, смешивают и получают среднюю пробу. Если последняя оказалась очень большой, то после тщательного перемешивания картофеля для лабораторного анализа отбирают образец массой 4—5 кг.

Взятие средних проб комбикормов. *Отбор выемок рассыпного комбикорма.* В зависимости от места хранения комбикорма или вида транспорта отбор средней пробы имеет некоторые особенности. При хранении комбикорма на складах выемки (разовые пробы) берут вагонным или амбарным щупом, для чего поверхность комбикорма делят на квадраты площадью примерно по 4—5 м². Выемки делают посередине

2. Число выемок картофеля, хранящегося в таре

Число мест в партии	Количество мест для выемок картофеля, не менее	Число выемок от каждого места
До 20	3	1
От 20 до 50	5	1
От 50 и выше	На каждые следующие полные и неполные 50 единиц выделяют одно место	1

каждого квадрата. При высоте насыпи 0,75 м комбикорм берут из верхнего и нижнего слоев, а при высоте насыпи свыше 0,75 м — из верхнего, среднего и нижнего слоев.

Для выемки комбикорма из грузовых автомашин, ввозов и небольших насыпей в складах используют щуп с укороченной ручкой, причем берут разовые пробы из пяти различных мест (по схеме конверта), отступая на 0,5 м от края, со всей глубины насыпи.

Если комбикорм находится в закрытых мешках, то разовые пробы берут мешочным щупом из верхних и нижних частей. Щуп вводят желобком вниз, затем поворачивают его на 180° и вынимают (отверстие в ткани мешка заделывают с помощью щупа). Выемки корма берут из 5 % всех мешков данной партии. Мешки, из которых необходимо взять разовые пробы, должны находиться не менее чем в трех местах.

При загрузке комбикорма в вагоны, паромы, баржи или выгрузке его оттуда выемки для средней пробы берут из падающей с транспортных лент струи комбикорма или в других местах его перепада, пересекая струю комбикорма железным ковшом емкостью 0,5 кг через каждые 15 мин (не менее двух выемок за погрузку). При производстве комбикорма на заводах выемки отбирают из-под смесителя после магнитной защиты, пересекая струю комбикорма железным ковшом через каждые 2 ч.

Таким же образом отбирают среднюю пробу травяной муки, отрубей, кормовой муки.

Отбор выемок гранулированного и брикетированного комбикорма. При производстве гранулированных комбикормов или при их погрузке (выгрузке) разовые пробы отбирают путем пересечения струи комбикорма железным ковшом емкостью 0,5 кг. При производстве брикетированного комбикорма в выемку включают отдельные его брикеты при выходе их из мундштука пресса через каждые 2 ч.

Если гранулированные или брикетированные комбикорма затарены в мешки или кули, то разовую пробу берут из 5 % мешков (кулей) данной партии, расположенных не менее чем в трех местах. Мешки расшивают и разовую пробу берут из верхней их части.

Общая масса выемок исходного образца рассыпного, гранулированного и брикетированного комбикорма, помещенного в чистую тару, должна составлять не менее 4 кг.

Среднюю пробу рассыпного и гранулированного комбикорма из исходного образца выделяют путем крестообраз-

ного деления. Для этого исходный образец высыпают на ровную поверхность (стол, деревянный щит) и разравнивают в виде квадрата двумя деревянными планками со скошенными ребрами, перемешивают 3 раза путем образования валика (см. взятие средней пробы зерна), снова разравнивают и планками делят по диагонали на четыре треугольника. Комбикорм с двух противоположных треугольников удаляют, а в двух оставшихся объединяют вместе. Так продолжают до тех пор, пока в двух треугольниках не останется примерно 2 кг, которые и будут представлять собой среднюю пробу. Среднюю пробу рассыпного и гранулированного комбикорма вышеуказанным способом делят на две части, каждую из которых помещают в чистую сухую банку. Одну банку хранят в течение одного месяца на случай арбитража, из другой берут навески комбикорма для анализов.

Для составления средней пробы брикетированного комбикорма из исходного образца выделяют 6 брикетов, а остальные измельчают и из полученной массы описанным выше способом выделяют среднюю пробу. Один или два брикета из шести выделенных используют для определения их плотности, а остальные помещают в чистую тару и хранят в течение месяца на случай арбитража.

В среднюю пробу вкладывают этикетку с указанием наименования комбикорма, его рецепта, массы партии, а для затаренного комбикорма — количества мест, даты и места отбора пробы, наименования предприятия, изготовившего комбикорм, и номера транспортного документа.

В лаборатории среднюю пробу регистрируют и нумеруют. Присвоенный данной пробе номер проставляют во всех относящихся к ней документах.

Взятие средней пробы зерна. При хранении зерна в складах насыпью (высота насыпи до 1,5 м) для его выемки используют вагонный щуп, при большей высоте насыпи зерна — щуп с навинчивающимися штангами. Перед взятием разовой пробы всю поверхность зерна на складе разделяют на секции площадью около 100 м² каждая. Выемку зерна делают в пяти точках каждой секции (в середине и четырех точках по углам), отстоящих примерно на 1 м от границы следующей секции. В каждой из пяти точек разовые пробы берут из верхнего (с глубины 10—15 см), среднего и нижнего слоев. Общая масса зерна, взятого из каждой секции, должна составлять 2 кг.

Из автомашин разовые пробы зерна берут щупом в четы-

рех точках кузова (с поверхности и нижних слоев или по всей глубине насыпи) на расстоянии 0,5 м от бортов. Общая масса выемок должна быть не менее 1 кг.

Из вагонов, заполненных зерном до полной грузоподъемности, а также со складов и из силосов элеваторов разовые пробы зерна берут из его струи, падающей с транспортерных лент. Используют для этого механический пробоотборник или специальный ковш, вводимые в струю зерна через разные промежутки времени. Важно, чтобы общая масса таких выемок составляла не менее 0,1 кг в расчете на 1 т перемещаемого зерна.

При неполной загрузке вагонов выемку зерна делают щупом в каждом двухосном вагоне в пяти точках поверхности насыпи (в четырех углах на расстоянии 50—75 см от стенок и в середине вагона), а в четырехосном — в 11 точках поверхности насыпи (в восьми точках по продольным сторонам на некотором расстоянии от стен и в трех точках в середине). В каждой из указанных точек разовые пробы берут из трех слоев насыпи: из верхнего — на глубине до 10 см, среднего — на глубине, равной половине высоты насыпи зерна, и нижнего — у пола вагона. Общая масса выемок зерна из двухосного вагона должна быть 2 кг, а из четырехосного — 4,5 кг.

Выемки зерна, затаренного в мешки, делают щупом в трех местах: вверху, в середине и внизу. Из зашитых мешков разовые пробы зерна отбирают зерновым мешочным щупом, который вводят с угла мешка снизу вверх желобком вниз по направлению к середине. Затем щуп поворачивают на 180° и вынимают. Число мешков, из которых делают выемки зерна, зависит от величины его партии (табл. 3).

Пробы зерна, взятые от каждой его партии, осматривают и сравнивают. Если зерно однородно, то из всех выемок его

3. Число мешков, предназначенных для выемок зерна, при разной величине партии

Число мешков в партии	Количество мешков, из которых берут разовые пробы зерна
До 10 включительно	Из каждого второго мешка
Свыше 10, до 100 включительно	Из пяти мешков $\pm 5\%$ количества мешков в партии
Свыше 100	Из десяти мешков $\pm 5\%$ количества мешков в партии

ссыпают в чистую тару. Это и составит исходный образец (иногда его называют общей пробой). Если зерно исходного образца весит не более 2 кг, оно может быть средней пробы. При большей массе исходного образца все зерно высыпают на стол с ровной поверхностью, распределяют его в виде квадрата и троекратно смешивают с помощью двух коротких деревянных палок. После перемешивания исходный образец снова распределяют ровным слоем в виде квадрата и с помощью планки делят по диагонали на четыре треугольника. Из двух противоположных треугольников зерно отбрасывают, а из двух оставшихся вновь перемешивают, делят на треугольники. Так делают до тех пор, пока не останется около 2 кг зерна, которые и составляют среднюю пробу.

При поступлении из хозяйств на хлебоприемные пункты большого количества зерна его качество оценивают по среднесуточным образцам. Последние составляют из исходных образцов, взятых из каждой автомашины. Для этого пользуются меркой объемом 200 см³, причем от образца партии доставленного на пункт зерна массой до 1,5 т берут одну мерку, а от образца партии зерна свыше 1,5 т до 3 т — две мерки. Далее от каждых 1,5 т зерна сверх 3 т дополнительно отбирают по одной мерке. Из среднесуточного образца выделяют среднюю пробу зерна вышеописанным способом.

Взятие средней пробы кукурузы в початках. Берут кукурузу в початках из автомашин в двух точках по продольной осевой линии, отстоящих на 0,5—0,7 м от переднего и заднего бортов кузова. Вначале в точках выемок удаляют верхние початки и с глубины 10 см берут в каждой точке по пять рядом лежащих початков. При погрузке початков в вагоны или выгрузке их оттуда в каждом вагоне делают 20 выемок (по пяти початков). Такие разовые пробы берут через равные промежутки времени. Всего из каждого вагона отбирают 100 початков.

Для выемок початков со складов, из-под навесов, сапеток, буртов всю поверхность насыпи кукурузы делят на секции площадью примерно 100 м². Из каждой секции разовые пробы початков отбирают в трех местах: в складах и навесах — по диагонали, а в сапетках и буртах — по центру. Берут в каждой точке выемки подряд 16—17 лежащих вблизи початков с глубины 10 см и 1 м. Всего в каждой секции площадью 100 м² отбирают 100 початков. Места выемок кукурузных початков должны отстоять от стен в складах и навесах на расстоянии 3 м, а в сапетках — на 75 см. Початки всех выемок объединяют и составляют исход-

ный образец, который одновременно является также средним образцом.

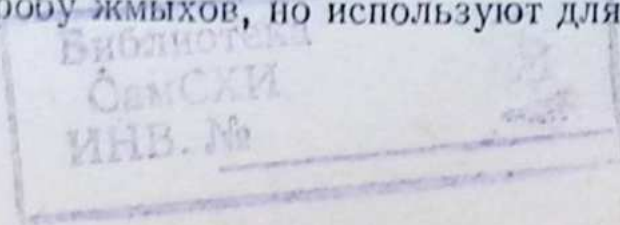
При приеме от колхозов и совхозов однородных по качеству партий кукурузы в початках составляют среднесуточный образец. Для этого с каждой автомашины берут по описанным выше правилам по 10 початков, которые помещают в плотно закрывающуюся тару (деревянные ящики, металлические бочки, крафт-мешки и т. д.). Далее, по мере заполнения тары, в которой хранится исходный образец, из нее отбирают каждый десятый початок. Они и входят в состав среднесуточного образца. Из тары, в которой хранится среднесуточный образец, отбирают среднюю пробу, для чего последовательно вынимают по одному початку из определенного их количества. В результате должна получиться средняя проба из десяти початков. Для определения выхода из початков зерна кукурузы и его качества среднюю пробу ошелушенного зерна смешивают и выделяют из нее с помощью делителей или вручную определенные навески.

Взятие средней пробы жмыхов и шротов, кормовых дрожжей. Жмыхи. При погрузке и выгрузке жмыха из вагонов выемки делают автоматическим пробоотборником, при этом с 1 т продукции берут 250 г, но не менее 2,5 кг жмыха от партии. Для отбора разовых проб через равные промежутки времени ковшом не менее 10 раз пересекают поток жмыха в местах его свободного падения. Если жмыхи затарены в мешки, то для выемок используют конусный щуп, причем из каждого пятого мешка берут 0,5 кг продукта (из первого мешка — сверху, из второго — из середины, из третьего — снизу).

Для составления исходного образца жмыха, находящегося в хранилищах в виде насыпи, всю ее поверхность условно делят на секции площадью 1 м². Затем в шахматном порядке с каждой такой секции берут разовые пробы из верхнего, среднего и нижнего слоев. Важно, чтобы общая масса выемок жмыха при ручном отборе проб составляла 1 кг с каждой тонны продукта.

После осмотра все выемки жмыха тщательно перемешивают и получают исходный образец. Далее жмых выравнивают в виде квадрата высотой 10 см и описанным выше способом делят до тех пор, пока не останется его 2,5 кг. Так получают среднюю пробу, которую делят на две части, пробы помещают в банки с плотными крышками.

Шроты. Среднюю пробу шротов отбирают так же, как и среднюю пробу жмыхов, но используют для выемок каж-



дый десятый мешок продукта. При хранении же шротов насыпью разовые пробы берут конусным щупом через каждые 2 м поверхности из верхних, нижних и средних слоев. Общая масса выемок должна быть не менее 2,5 кг.

Кормовые дрожжи. Для проверки качества порошкообразных кормовых дрожжей от партии, насчитывающей до 100 упакованных мест, разовые пробы берут из 3 % упаковок, расположенных в разных местах. Если партия насчитывает более 100 упакованных мест, то пробы берут из 1 % общего количества упаковок, но не менее чем из трех единиц упаковок.

Разовые пробы отбирают деревянным или металлическим щупом, погружаемым на всю глубину тары. Объем разовой пробы должен быть не менее 350 г. Объединив вместе разовые пробы, составляют общую пробу (исходный образец). Последнюю тщательно перемешивают и доводят описанным ранее способом до 2 кг. Оставшуюся часть делят пополам и помещают в две чистые сухие банки с притертыми крышками. Навески кормовых дрожжей, взятые из одной банки, используют для анализов. Дрожжи в другой банке хранят в течение 2 месяцев на случай повторных анализов.

От партии гранулированных дрожжей исходный образец массой не менее 4 кг отбирают из каждой единицы упаковки, каждого транспортного средства или каждой насыпи. Разовые пробы берут со всей глубины насыпи из пяти разных мест по схеме конверта на расстоянии 0,5 м от краев.

Перед анализом дрожжи в гранулах измельчают в ступке, затем на лабораторной мельнице до порошкообразного состояния и просеивают через сито с диаметром ячеек 0,25 мм.

Взятие средней пробы кормов животного происхождения, подкормок и жидких кормов. Общую пробу *муки животного происхождения* при бестарном ее хранении берут с транспортера (нории, шнека) через равные промежутки времени с 1 т продукта — 250 г, но не менее 1,5 кг муки от партии. При хранении муки в таре общую пробу отбирают щупом по диагонали от 10 % общего количества упаковок, расположенных в трех местах. Перед отбором пробы корм осматривают, проверяют состояние тары и выделяют из партии 5 % всех мест. Из них и берут разовые пробы. Если корм неоднороден по качеству, то рекомендуется отобрать из партии для вскрытия большее число мест. Масса общей пробы должна быть не менее 1,5 кг.

Для зоотехнического анализа достаточно направить 100—150 г муки, которую отбирают из общей пробы общепринятым способом. Корм измельчают, просеивают через сито с диаметром ячеек 0,5 мм и помещают в банку с притертой крышкой.

Кормовая мука, рыбий жир и жир морских зверей. Разовые пробы рыбьего жира и жира морского зверя берут после перемешивания сифоном или стеклянной трубкой. Масса разовых проб равна 1 кг.

Если пробы отбирают из железнодорожной цистерны, то на трубе насоса устанавливают пробоотборочный кран (диаметр 12,5 мм). С его помощью часть струи жира отводят в сухую приемную емкость в течение всего времени разгрузки цистерны. Общую пробу затем перемешивают и отливают из нее 250 г жира в чистую банку с притертой пробкой.

Молоко. Перед взятием пробы молоко тщательно перемешивают. Пробы отбирают металлической трубкой диаметром 9 мм, которую погружают вертикально до дна сосуда с молоком. Закрыв верхнее отверстие трубки пальцем, трубку вынимают из сосуда и молоко выливают в чистую сухую склянку, которую плотно закрывают пробкой. Для анализа необходима средняя проба молока массой 250—500 мл. Содержание сухого вещества, белка, жира, золы, кальция, фосфора, витамина А и каротина определяют в двухсуточной пробе молока, а его кислотность, пригодность для производства сыра и содержание витамина С — в пробе молока, взятой от одного утреннего удоя. Двухсуточные пробы молока рекомендуется консервировать 40 %-ным раствором формалина из расчета 1—2 капли на 100 мл молока. Если анализ на содержание золы и минеральных веществ не проводят, то молоко можно консервировать 10 %-ным двуххромовокислым калием из расчета 1 мл на 100 мл молока.

Для определения сахара, альбумина, казеина, глобулина, а также плотности, количества и величины жировых шариков используют односуточную пробу незаконсервированного хранящегося на холоде молока.

Кратность исследований зависит от поставленных при этом задач.

Например, в опытах по изучению эффективности скормливания животным определенных кормов молоко исследуют не менее двух раз в предварительный и заключительный периоды, а в опытный период — не менее трех-четырех

раз. Содержание жира в молоке определяют 1 раз в 10 дней из двухсуточных проб молока.

Пробы молока берут от каждой коровы.

Средняя проба жидких и водянистых остатков технических производств (барда, пивная дробина, мезга, жом свежий, патока кормовая). Для проверки качества таких кормов от партии пробу берут черпаком или пробоотборником водянистых кормов ПВК-1 конструкции НПО «Агроприбор» из десяти мест с различной глубины (после стекания основной массы воды — для пивной дробины, барды). Разовые пробы затем смешивают и из исходного образца массой не менее 10 кг отбирают среднюю пробу. Величина последней должна обеспечить получение для анализа 150 г сухого вещества. Если быстро провести анализ невозможно, то корм помещают в стеклянную посуду с плотной пробкой и консервируют его смесью хлороформа и толуола, смесью толуола и ксилола (1 : 1) или одним формалином (5 мл на 1 кг корма), тщательно перемешивая консервант с кормом. При определении сахара консервировать формалином нельзя.

Взятие средней пробы подкормок. Для проверки качества кормового монокальцийфосфата разовые пробы отбирают с транспортной ленты через равные промежутки времени из расчета 25 проб от каждой партии (партией считают не более 65 т продукта). Если минеральная подкормка упакована в мешки, то разовые пробы берут пробоотборником из 25 мешков каждой партии, погружая щуп на $\frac{3}{4}$ глубины мешка. Масса разовой пробы, взятой с транспортной ленты и из мешков, должна составлять 200 г. Пробы объединяют, перемешивают и для получения средней пробы общепринятым методом доводят до массы не менее 0,5 кг.

Разовые пробы обесфторенного кормового фосфата берут из каждого двадцатого, а других кормовых фосфатов — из каждого пятидесятого мешка.

Разовые пробы синтетической мочевины берут не менее чем от 1 % мешков всей партии, но не менее чем из 10 мешков, средняя проба должна быть 0,5 кг.

Среднюю пробу помещают в полиэтиленовый мешок или в чистую сухую банку. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, сорта и марки, номера партии, обозначения стандарта или технических условий, наименования предприятия-изготовителя, даты отбора проб и фамилии лица, взявшего пробу.

ПОДГОТОВКА КОРМА К АНАЛИЗУ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРВОНАЧАЛЬНОЙ ВОДЫ

Содержание воды — важный показатель питательности кормов и степени зрелости растений. Вода в кормах находится в свободной и связанной формах. Свободная вода — растворитель сахаров, аминокислот, органических кислот и других веществ растительных клеток. Она более подвижна, чем связанная вода. Последняя входит в состав мицелля различных гидрофильных коллоидов. Вся вода (связанная и свободная) может быть удалена высушиванием кормов при 100—105 °С.

Определение первоначальной влажности основано на испарении воды в процессе высушивания корма в сушильных шкафах или термостатах при определенной температуре. Перед определением первоначальной влажности корм подготавливают.

Приборы и посуда. Фарфоровые чашки диаметром 20—30 см или эмалированные кюветы, технические весы с разновесами, сушильный шкаф или термостат, нож для измельчения сена, силоса и других кормов.

Подготовка корма к анализу. Из проб кормов, поступивших в лабораторию для анализа, следует немедленно взять лабораторную пробу и определить в ней первоначальную влагу. Если в лабораторию поступило 1,5—2 кг сена, то его измельчают (длина частиц 1—2 см). Силос также предварительно измельчают и берут для анализа 800—1000 г. Из поступивших в лабораторию средних проб зерновых, шротов, отходов мукомольной промышленности и других концентрированных кормов отбирают образец массой 150—200 г.

Чтобы взять образец для высушивания, средние пробы кормов (измельченное сено, а также зерно, мучнистые корма и др.) перемешивают и делят общепринятым способом до тех пор, пока масса корма не будет равна 150—200 г.

Перед определением первоначальной влажности в жмыхах их необходимо раздробить. Корнеклубнеплоды отмыывают водой от земли и вытирают аккуратно сухим полотенцем. От каждого корня средней пробы отрезают вдоль половину, $\frac{1}{4}$ или $\frac{1}{8}$ часть (это зависит от величины средней пробы, которую берут с таким расчетом, чтобы масса образца для анализа составила 1000—1200 г).

Ход анализа. Чашки или кюветы нумеруют, высушивают в течение 30 мин при 90—100 °С, охлаждают и взвешивают; массу записывают. В чашку помещают указанное количество анализируемого корма и вновь взвешивают на тех же весах. Затем чашки с кормами помещают в сушильный шкаф и выдерживают в нем при температуре 60—65 °С до тех пор, пока разница между двумя последующими взвешиваниями не будет превышать 0,5 г. Результаты взвешиваний (г) и анализа записывают по приведенной ниже форме.

Масса сосуда с кормом _____

Масса пустого сосуда _____

Навеска корма _____

Масса сосуда с кормом после высушивания при 60—65 °С:

1-е взвешивание _____

2-е взвешивание _____

Масса сосуда с навеской корма в воздушно-сухом состоянии _____

Масса испарившейся воды _____

Первоначальная влажность, % _____

При определении первоначальной влаги в корнеклубне-плодах последние отобранные экземпляры режут поперек на тонкие пластинки, которые нанизывают на предварительно взвешенные стеклянные палочки или на нитку и взвешивают. Навеску помещают в сушильный шкаф и выдерживают там при температуре 90 °С 30 мин — 1 ч, чтобы прекратить ферментативные процессы. Далее высушивание продолжают при температуре 60—65 °С, после чего поступают так, как и при определении влаги в других кормах.

Не рекомендуется одновременно ставить в сушильный шкаф корма, резко отличающиеся по содержанию влаги (например, сочные, сено, концентраты).

После высушивания корм оставляют на 4—6 ч в чашке (прикрыв ее листом бумаги) для приведения его в воздушно-сухое состояние и взвешивают. Так поступают для того, чтобы при хранении образца влажность корма в дальнейшем не изменялась и не было больших погрешностей при взятии навесок для анализа. Для определения первоначальной влажности разность между массой чашки с веществом в первоначальном состоянии и массой чашки с веществом в воздушно-сухом состоянии умножают на 100 и делят на первоначальную массу вещества.

Измельчение кормов для последующего анализа. Воздушно-сухой образец корма мелко перемалывают на спе-

циальных лабораторных мельницах (марки МРП-2) или в ступе лабораторной трехпозиционной (СЛ-3), затем просеивают через сито с диаметром ячеек 1 мм (за неимением набора лабораторных сит можно использовать мелкое хозяйственное решето). Частицы, оставшиеся на сите, снова размалывают и просеивают. Так поступают до тех пор, пока остаток не будет превышать 2 % массы размалываемого образца. После этого остаток перемешивают со всем образцом.

Измельченный образец хранят в банке с плотно закрывающейся пробкой, заполненной кормом не более чем на половину ее объема (чтобы при взятии навесок можно было хорошо перемешивать образец).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИГРОСКОПИЧЕСКОЙ ВОДЫ

Приведенный в воздушно-сухое состояние корм содержит некоторое количество влаги, называемой гигроскопической. Определяют ее, высушивая навеску корма в термостате при температуре 100—105 °С до постоянной массы. В процессе высушивания из корма удаляются гигроскопическая влага, летучие вещества эфирных масел, углекислоты, летучие кислоты, аммиак и некоторые другие вещества и в результате окислительных процессов поглощается кислород. Потеря летучих веществ, поглощение кислорода и другие процессы могут служить причиной неточных результатов. Более точные результаты получают, высушивая образец исследуемого корма в струе индифферентного газа или в вакуум-аппарате.

Приборы и посуда. Аналитические весы с разновесами, термостат или сушильный шкаф, пронумерованные бюксы (сушильные стаканчики с притертыми крышками), ложка для взятия кормов, эксикатор.

Ход определения. Бюкс или сушильный стаканчик высушивают в термостате в течение 30—40 мин при температуре 100—105 °С. При этом крышку кладут в стаканчик на ребро. Затем бюкс закрывают и ставят для охлаждения в эксикатор. После охлаждения бюкс взвешивают на аналитических весах, насыпают в него 2—3 г воздушно-сухого корма, закрывают бюкс крышкой и взвешивают. По разнице между взвешиваниями находят массу корма, взятую для анализа. Затем бюкс с кормом (крышку положить на ребро) помещают в термостат и выдерживают там 2,5—3 ч

при температуре 100—105 °С. После этого бюкс закрывают крышкой, вынимают из термостата, ставят в эксикатор, охлаждают, взвешивают и снова помещают на 1 ч в термостат. После охлаждения бюкс с кормом снова взвешивают. Так поступают до тех пор, пока разность двух следующих друг за другом высушиваний и взвешиваний будет не более 10 мг.

Иногда при последующих взвешиваниях наблюдается увеличение массы бюкса с кормом. В этом случае высушивание прекращают, а для расчетов берут наименьшую массу. Количество испарившейся воды находят по разнице между массой бюкса с кормом до высушивания и наименьшей массой бюкса с кормом после высушивания. Гигроскопическую влагу определяют по формуле

$$x = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса воды, испарившейся из навески корма, г; m_1 — масса корма в воздушно-сухом состоянии, г; 100 — показатель для перевода гигроскопической влаги в проценты.

Результаты анализа записывают в нижеприведенную форму (табл. 4).

4. Форма для записи данных, полученных в ходе определения гигроскопической влаги

Показатели	Определение	
	первое	второе

Масса стаканчика с навеской корма, г

Масса пустого стаканчика, г

Навеска корма, г

Масса стаканчика с веществом после высушивания образца при 100—105 °С, г:

1-е взвешивание

2-е взвешивание

Масса испарившейся воды, г

Содержание гигроскопической воды в воздушно-сухом веществе, %

Содержание гигроскопической воды в корме при полной влажности, %

Общее содержание воды в исследуемом корме, %

Содержание в корме сухого вещества, %

ЭКСПРЕСС-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕГО КОЛИЧЕСТВА ВОДЫ В КОРМАХ

Общее количество воды в кормах можно определить ускоренным методом, что важно в условиях производства. Для этого навеску измельченного корма помещают в бюкс или металлическую чашку и выдерживают в сушильном шкафу при 130 °С.

Ход определения. 1. В предварительно высушенные до постоянной массы стеклянные или алюминиевые бюксы (диаметр 50 мм, высота 20 мм) берут две навески корма — около 5 г каждая (взвешивают с точностью до 0,01 г), при этом корм рассыпают тонким слоем по дну бюксов.

2. Открытые бюксы вместе с крышками помещают в предварительно подогретый до температуры 130 ± 2 °С электросушильный шкаф и выдерживают в нем в течение 40 мин. Корма с повышенным содержанием влаги необходимо выдерживать в шкафу до 1 ч.

3. Через 40 мин бюксы из сушильного шкафа вынимают тигельными щипцами, быстро закрывают крышками и ставят на 20—30 мин в эксикатор для охлаждения до комнатной температуры.

4. После высушивания и охлаждения в эксикаторе бюксы с кормом снова взвешивают и по разности массы до и после высушивания определяют содержание влаги. Для расчетов используют формулу

$$X = \frac{m - m_1}{a} \cdot 100,$$

где X — общее содержание воды в корме; %; m — масса корма до высушивания, г; m_1 — масса корма после высушивания, г; a — навеска корма, г.

ЭКСПРЕСС-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ В КОРМАХ С ПОМОЩЬЮ ВЛАГОМЕРА

Для быстрого определения влажности корма используют влагомер ВЧМ. Прибор состоит из блока высушивания, имеющего вид двух металлических плит, и блока управления для автоматического регулирования температуры плит. Рабочая температура прибора составляет 160 °С. Действие прибора ВЧМ заключается в быстром обезвоживании образцов корма между двумя металлическими плитами, нагретыми до 160 °С.

Ход определения. 1. Обезвоживают корма в пакетах из фильтровальной бумаги. Сначала пакеты закладывают между электронагревательными плитами и выдерживают при температуре 160 °С в течение 3 мин. Затем их помещают на 3 мин в эксикатор для охлаждения, после чего взвешивают.

2. В подготовленные таким образом пакеты берут две навески корма по 5 г (взвешивают с точностью до 0,01 г). Для полного обезвоживания корм в пакете распределяют тонким слоем и помещают на 5 мин в предварительно нагретый до 160 ± 2 °С прибор.

3. Затем пакеты вынимают из прибора, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на технических весах (I или II класса, типа Т-1, Т-2). Для определения общего содержания воды в корме используют формулу

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1 - m},$$

где X — общее количество воды, %; m — масса пустого фильтра, г; m_1 — масса фильтра с навеской корма до высушивания, г; m_2 — масса фильтра с навеской корма после высушивания, г.

Допустимые расхождения при смежных определениях не должны превышать ± 2 %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АЗОТИСТЫХ ВЕЩЕСТВ

Азотистые вещества кормов объединяют под общим названием «протеин», в который входят белок и азотистые соединения небелкового характера (амиды).

Амиды представляют собой органические азотистые соединения небелкового характера, включающие, кроме свободных аминокислот, их амиды, азотсодержащие гликозиды, органические основания и аммонийные соединения. Они хорошо усваиваются в организме животного, поэтому при нормировании кормления учитывают не белок, а протеин.

Оценка корма по содержанию протеина применяется при кормлении всех видов животных. Детализированные нормы кормления сельскохозяйственных животных предусматривают нормирование рационов по широкому комплексу питательных веществ, в том числе нормируется сырой и переваримый протеин. Необходимость нормирования сырого

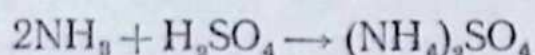
протеина обусловлена тем, что содержание его в кормах изменчиво и зависит от многих факторов, поэтому зоотехнический анализ кормов в хозяйствах дает возможность более тщательно балансировать рационы по протеину.

Потребность жвачных животных в протеине может быть частично удовлетворена за счет мочевины, бикарбоната и сульфата аммония. При балансировании рационов для свиней, птицы и телят учитывают содержание в кормах незаменимых аминокислот: лизина, метионина, триптофана, валина, гистидина, фенилаланина, лейцина, изолейцина, треонина, аргинина, глицина.

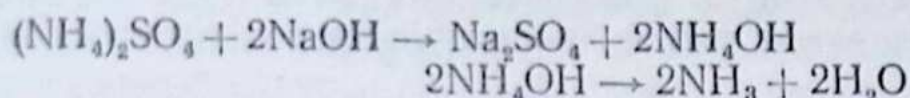
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО АЗОТА И СЫРОГО ПРОТЕИНА МЕТОДОМ КЬЕЛЬДАЛЯ

Принцип метода. Жиры и углеводы корма при их нагревании с концентрированной серной кислотой разрушаются до углекислого газа и воды, а азотсодержащие вещества распадаются до аммиака NH_3 , который соединяется с серной кислотой и образует нелетучую соль — сернокислый аммоний.

Реакция протекает по следующему уравнению:



В процессе перегонки в избыточно щелочной среде выделяется аммиак:



Выделяющийся в ходе реакции аммиак вступает в реакцию с борной кислотой и образует соль. Содержимое приемной колбы титруют 0,1 н. раствором соляной кислоты, которая соединяется с ионами аммония, образуя хлористый аммоний и вытесняя борную кислоту.

По количеству пошедшего на титрование 0,1 н. раствора HCl определяют количество азота в корме. Известно, что 1 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты соответствует 0,0014 г азота.

Реактивы и оборудование. Концентрированная серная кислота H_2SO_4 (удельная масса 1,84, ГОСТ 4204—77, х. ч.); децинормальный (0,1 н) раствор H_2SO_4 ; борная кислота H_3BO_3 (ГОСТ 9656—61, х. ч.), из которой готовят 2 %-ный раствор; соляная кислота (HCl , х. ч.), 33 %-ный раствор

NaOH, сернокислая медь — $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (ГОСТ 4165—66, х. ч.); сернокислый калий — K_2SO_4 (ГОСТ 4145—65, х. ч.); селен элементарный (МРТУ 6—09-638-63); селеновый катализатор (растирают и смешивают 100 г сернокислого калия, 10 г сернокислой меди и 2 г селена. При отсутствии селена применяют смеси сернокислой меди и сернокислого калия); индикаторы: Таширо, конгорот, метилоранж. Для приготовления индикатора Таширо 0,02 г метилового красного растворяют в 60 мл этилового спирта, затем добавляют 40 мл воды. После этого 0,1 метиленовой сини растворяют в 100 мл воды. Перед работой смешивают 25 мл метилового красного и 3 мл раствора метиленовой сини; дистиллированная вода; лакмусовая бумага (красная); пемза порошкообразная или гранулированная (можно использовать стеклянные или фарфоровые трубочки); весы аналитические, цилиндр на 10 мл для взятия навески корма; колбы Кьельдаля (для сжигания — емкостью 200—250 мл, для отгонки — емкостью 500—750 мл); штатив для колб, используемый при сжигании корма; отгонный аппарат Кьельдаля (для отгонки аммиака), колбонагреватели или другой источник нагрева, бюретки на 25—50 мл, мерные цилиндры емкостью по 25—50 мл; установка для титрованных растворов; колбы конические или мерные на 250—500 мл; капельница для индикатора; каплеуловители; промывалка.

Ход определения. 1. В цилиндр помещают 0,5—1 г исследуемого корма (мяса 0,3 г, мочи и молока по 2—3 г), взвешивают его на аналитических весах и массу записывают.

2. В колбу Кьельдаля из цилиндрика осторожно переносят навеску воздушно-сухого корма, опустив цилиндр глубоко в горло колбы.

3. Цилиндр после переноса из него корма взвешивают и по разности массы цилиндра с кормом и без него определяют навеску.

4. В колбу Кьельдаля осторожно приливают 10—15 мл (в зависимости от испытуемого образца) концентрированной серной кислоты и содержимое аккуратно перемешивают. При этом происходит обугливание образца.

5. Вносят в колбу катализаторы: 0,5—1 г сернокислой меди, 3—5 г сернокислого калия или 0,3—0,5 г селенового катализатора.

6. Колбу с навеской корма в наклонном положении ставят для сжигания в специальном штативе в вытяжной шкаф.

Сжигание проводят на слабом огне во избежание потери азота (рис. 1).

7. Содержимое колбы доводят до кипения, закрывают специальным воздушным холодильником или стеклянной воронкой и продолжают нагревание. Происходит минерализация органических веществ корма.

В период сжигания содержимое колбы необходимо периодически перемешивать, чтобы на ее стенках не осталось несгоревших частиц корма. При появлении на горлышке колбы бурых капель или темных частиц ее следует охладить, частицы смыть в колбу водой и продолжать сжигание.

Жидкость в колбе вначале имеет бурый или почти черный цвет, но по мере минерализации органических веществ раствора в колбе начинает выделяться сернистый ангидрид (SO_2) и содержимое ее светлеет. По цвету жидкости определяют окончание минерализации органических веществ. Раствор в колбе должен быть прозрачным, бесцветным или слегка желтоватым.

8. После осветления жидкости колбу снимают, остужают и осторожно небольшими порциями (20—25 мл) в нее приливают 100—150 мл дистиллированной воды, оmyвая ею стенки колбы. Жидкость приобретает зеленовато-голубоватый цвет (медный купорос поглощает воду, в результате чего восстанавливается голубой цвет).

9. Раствор затем без потерь переносят в другую колбу Кьельдаля емкостью 500—600 мл. Колбу несколько раз промывают водой, сливая ее в большую колбу Кьельдаля.

10. Колбу с раствором ставят на колбонагреватель отгонного аппарата Кьельдаля, предварительно подобрав к колбе пробку (рис. 2).

11. В приемник (в виде конической колбы) вливают из бюретки 20—30 мл раствора борной кислоты и 6—8 капель индикатора Таширо.

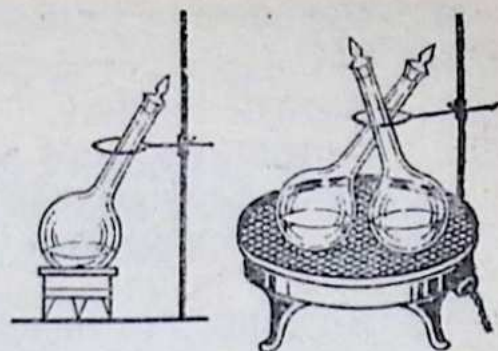


Рис. 1. Правильное положение при сжигании навесок корма в колбах Кьельдаля

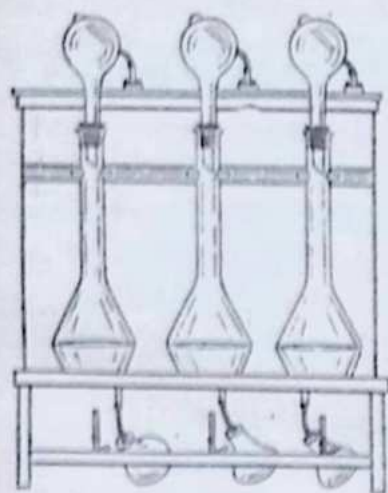


Рис. 2. Аппарат для отгонки азота по методу Кьельдаля

12. Коническую колбу с борной кислотой ставят в аппарат Кьельдаля, опустив стеклянную трубку холодильника в борную кислоту.

13. В отгонную колбу на кончике ложки добавляют пемзу (кусочки фарфора или фарфоровые трубочки), что необходимо для спокойного равномерного кипения содержимого.

14. В цилиндр (осторожно) отмеривают 60—70 мл 33 % ного раствора едкого натра.

15. Щелочь из цилиндра медленно переносят в колбу Кьельдаля.

16. Колбу быстро закрывают пробкой с каплеуловителем.

17. Содержимое колбы хорошо размешивают. При этом начинает выделяться аммиак, который попадает в приемную колбу с борной кислотой.

18. Включают нагревательный прибор и отгоняют с водяным паром аммиак, который поглощается 2 %-ной борной кислотой.

19. Конец отгона аммиака определяют по красной лакмусовой бумажке, подставленной под стекающую каплю отгона. Если лакмус не синее, отгон аммиака окончен. При хорошем кипении содержимого отгон длится около часа.

20. После отгона аммиака отгонную трубку холодильника тщательно промывают дистиллированной водой, которую сливают в приемную колбу.

21. Содержимое колбы оттитровывают децинормальным раствором соляной кислоты.

При титровании соляной кислотой в присутствии смешанного индикатора (индикатор Таширо) изумрудно-зеленый цвет содержимого колбы при pH, равном 5,5, переходит в красно-фиолетовый, 1 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты, пошедшего на титрование, соответствует 0,0014 азота. Записав все данные в приведенную ниже формулу рассчитывают содержание в корме азота и сырого протеина. Данные, полученные при определении содержания общего азота и сырого протеина, записывают в следующую форму (табл. 5).

1. Расчет содержания азота и протеина. Содержание азота в % вычисляют по формуле

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

где x — содержание азота в исследуемом корме, %; a — количество

граммов азота в навеске корма (количество соляной кислоты, пошедшее на титрование, умноженное на 0,0014 г); *б* — навеска корма, г; 100 — число для пересчета в проценты.

2. Для вычисления содержания в корме сырого протеина показатель содержания азота умножают на коэффициент 6,25 или соответствующий данному корму (для пшеницы, ржи, ячменя установлен коэффициент 5,83; для конопли, хлопчатника, подсолнечника, сои, жмыхов — 5,8, молока — 6,38, для кукурузы, бобовых, мяса и яиц — 6,25).

5. Форма для записи данных, полученных при определении содержания общего азота и сырого протеина

Показатели	Определение	
	первое	второе

Масса цилиндра с навеской корма, г
 Масса пустого цилиндра, г
 Навеска корма, г
 Пошло на титрование 0,1 н. соляной кислоты, мл
 Содержание азота в навеске корма:
 г
 %
 Среднее из двух определений, %
 Содержание сырого протеина в веществе, %:
 воздушно-сухом
 первоначальном
 абсолютно сухом

Полумикрометод определения азота по Кьельдалю

Принцип этого метода тот же, что и при определении азота макрометодом. **Ход определения.** Для анализа берут тонко размолотого сухого корма 0,1 г, мочи, молока, сала — по 0,2—0,3 г, мяса — 0,1 г. Важно, чтобы в этом количестве исследуемого образца содержалось 0,5—1,5 мг азота.

1. Навеску корма озоляют (сжигают) в колбе Кьельдаля, применяя серную кислоту и катализатор. Для сжигания мяса берут до 5 мл кислоты, для сжигания других веществ — 3—4 мл, катализатора — около 200 мг. Сжигают до просветления жидкости.

2. Содержимое колбы охлаждают, разводят 10—15 мл дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу на 100 мл, добавляют дистиллированной воды до метки и тщательно перемешивают.

3. Для отгонки берут 20 мл раствора и помещают его в отгонную колбу аппарата Парнаса, добавляют туда 15 мл 30 %-ного раствора щелочи и пропускают сильную струю пара.

4. Перед вливанием щелочи в отгонную колбу подводящую трубку холодильника отгонного прибора ставят коническую колбу с 10 мл 2 %-ного раствора борной кислоты, к которой добавляют 6—8 капель индикатора Таширо.

5. Отгонку проводят в течение 15—30 мин в зависимости от интенсивности струи пара. Необходимо собрать около 50 мл дистиллята. Окончание отгонки аммиака устанавливают нанесением капли дистиллята на красную лакмусовую бумагу. Отгон целесообразно проводить одновременно двух приборах, помещая в них параллельные пробы и одного образца.

6. После окончания отгонки наконечник форштосса холодильника снаружи и внутри обмывают небольшим количеством дистиллированной воды и содержимое колбы титруют из 5-миллилитровой микробюретки 0,1 н. или 0,05 н. раствором HCl до перехода окраски из зеленой в красную.

7. Параллельно проводят контрольную (холостую) пробу. Выполняют все указанные выше операции, исключая помещение навески образца в колбу Кьельдаля.

Количество кислоты, пошедшее на титрование дистиллята в холостой пробе, вычитают из результатов титрования анализируемых образцов.

8. По израсходованному на титрование объему кислоты вычисляют содержание азота в навеске в граммах и процентах, 1 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты соответствует 0,0014 г азота.

Расчет ведут по количеству 0,1 н. кислоты, пошедшей на титрование:

$$x = \frac{A \cdot 0,0014 \cdot 100}{b},$$

где x — содержание азота, %; A — количество 0,1 н. кислоты, мл; b — навеска продукта, г; 100 — коэффициент для пересчета в %; 0,0014 — 1 г азота соответствует 1 мл соляной кислоты, пошедшей на титрование.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕЛКОВОГО АЗОТА В КОРМАХ ПО МЕТОДУ БАРНШТЕЙНА

Метод основан на осаждении белков гидратом окиси меди $[\text{Cu}(\text{OH})_2]$ из водных растворов при избытке в них медного купороса. При этом образуются белковые соединения, нерастворимые даже в горячей воде. Отмытый от солей и растворимых небелковых азотистых веществ осадок белка сжигают с серной кислотой по методу Кьельдаля.

Реактивы и оборудование. Сернокислая медь 6%-ная ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; ГОСТ 4165—66, х. ч.); 1,25%-ный раствор едкого натра (ГОСТ 4328—66, х. ч.); 10%-ный раствор хлористого бария; реактивы, применяющиеся при определении сырого протеина в кормах; химические стаканы емкостью 150—200 мл; стеклянные пробирки; стеклянные воронки; водяная баня; стеклянные палочки; колбы Эрленмейера емкостью 500 мл; сушильный шкаф; капельница; электроплита; фильтровальная бумага; оборудование и посуда, применяемые при определении сырого протеина.

Ход определения. 1. На аналитических весах в цилиндрике отвешивают 1—1,5 г тонко измельченного воздушно-сухого корма. При анализе корма в свежем виде (корнеклубнеплоды, трава и др.) его необходимо хорошо измельчить (навеску корма в таком случае увеличивают до 4—6 г). Корм переносят в химический стакан емкостью 150—200 мл. По разности массы цилиндра с кормом и пустого цилиндра определяют навеску корма.

2. В стакан добавляют 50—70 мл дистиллированной воды, содержимое хорошо перемешивают стеклянной палочкой и нагревают до кипения. Вещества, богатые крахмалом, кипятить нельзя. В этом случае ограничиваются нагреванием содержимого на водяной бане при температуре 40—50 °C в течение 10 мин.

3. В стакан с горячей жидкостью вливают по палочке 25 мл 6%-ного раствора сернокислой меди и содержимое стакана размешивают.

4. К содержимому стакана при помешивании небольшими порциями приливают 25 мл 1,25%-ного раствора едкого натра. Реакция не должна быть щелочной. Смесь хорошо перемешивают. Затем стакан оставляют на 1 ч для полного осаждения белков (можно оставить на ночь).

5. Отстоявшуюся жидкость осторожно сливают на фильтр (стараясь не перенести на него осадок). Затем к осадку приливают горячую дистиллированную воду, хорошо переме-

шивают и после отстаивания жидкость снова сливают на тот же фильтр. Промывают осадок 7—8 раз.

6. Осадок без потерь переносят на тот же фильтр и продолжают промывать теплой водой до полного исчезновения в промывных водах ионов SO_4 . Для проверки наличия ионов SO_4 в пробирку собирают 3—4 мл промывных вод и добавляют туда из капельницы 2—3 капли 10 %-ного раствора BaCl_2 . Если жидкость в пробирке помутнеет, промывание продолжают. Заканчивают его, когда промывные воды при добавлении хлористого бария остаются прозрачными.

7. Промытый осадок на фильтре вместе с воронкой помещают в сушильный шкаф и подсушивают при температуре 60—80 °C. Затем фильтр с веществом осторожно закатывают в шарик и без потерь помещают в колбу Кьельдаля.

8. В ту же колбу вливают 20 мл концентрированной серной кислоты, затем добавляют катализаторы и проводят сжигание, после чего определяют содержание азота так же, как и сырого протеина. Все данные записывают в приведенную ниже форму (табл. 6).

6. Форма для записи данных, полученных в ходе определения белкового азота

Показатели	Определение	
	первое	второе

Масса цилиндра с навеской корма, г

Масса пустого цилиндра, г

Навеска корма, г

Пошло на титрование 0,1 н. соляной кислоты, мл (количество соляной кислоты, связанное ионами аммиака)

Содержание белкового азота в навеске, г

Содержание белкового азота, %

Среднее из двух определений, %

Белок в воздушно-сухом веществе, %

Белок в первоначальном веществе, %

Белок в абсолютно сухом веществе, %

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИНОКИСЛОТ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ *

В последние годы ведутся интенсивные исследования по разработке методов анализа кормов и других биологических веществ на содержание аминокислот. Широко используются методы тонкослойной абсорбционной и ионообменной хроматографии. В ряде лабораторий применяются методы распределительной бумажной и тонкослойной хроматографии. Разработаны и получили распространение жидкостные ионообменные анализаторы аминокислот. По точности и производительности анализа предпочтительно использовать автоматические анализаторы в сочетании с электронно-вычислительной техникой. Однако наиболее доступным и экономичным следует считать метод тонкослойной хроматографии, особенно если в качестве регистрирующего прибора применяется денситометр, позволяющий быстро и точно измерить оптическую плотность пятен аминокислот.

Определение аминокислотного состава кормов включает гидролиз пробы и анализ гидролизата методами ионообменной жидкостной или тонкослойной хроматографии. Разделение аминокислот методами ионообменной и тонкослойной хроматографии основано на том, что различные аминокислоты имеют разные величины изоэлектрических точек, причем на разделение оказывают влияние также структура молекулы аминокислоты, заряды боковых радикалов и некоторые другие свойства.

Методика гидролиза проб кормов. Для расщепления белков, пептидов и других веществ с высвобождением аминокислот необходимо провести гидролиз проб кормов под действием кислот или щелочей при подогреве и избыточном давлении или без него. Гидролиз белков соляной кислотой в присутствии других веществ связан, как известно, с разрушением некоторых аминокислот. Очень устойчивы к действию горячих растворов соляной кислоты глицин, аланин, валин, изолейцин, лейцин, фенилаланин, пролин, лизин, гистидин и аргинин. Цистин, метионин и триптофан при кислотном гидролизе, особенно в присутствии углеводов, в значительной степени или полностью разрушаются. Поэтому для определения их содержания в кормах

* Методика ЦИНАО подготовлена Д. И. Марновым, Е. А. Петуховой, Р. Ф. Бессарабовой.

пользуются методами щелочного гидролиза и оксидации надмуравьиной кислотой перед гидролизом. При оксидации метионин переходит в метионинсульфон, а цистин и цистеин — в цистеиновую кислоту.

Приборы, материалы, реактивы. Автоклав, термостат, центрифуга, многогнездная водяная баня, аналитические весы (погрешность взвешивания не более 0,0002 г), мельница лабораторная МРП-1 (или аналогичного типа), баллон с азотом особой чистоты, пробирки, ампулы, колпачки или воронки, тефлоновые трубки, фильтры беззольные (белая лента, ГОСТ 120626—76); соляная кислота (ГОСТ 3118—67, х. ч., для гидролиза готовят 6 н. раствор: 492 мл концентрированной соляной кислоты смешивают с 508 мл дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 л), перекись водорода 30 %-ная (ГОСТ 10929—64), гидроокись бария (ГОСТ 4701—69), муравьиная кислота 85 %-ная (ГОСТ 5-48—73), этиловый спирт (технические условия ИРЕА—20—66), дистиллированная вода (ГОСТ 6709—72). Цитратный буфер с рН 2,2. Для приготовления 1 л цитратного буферного раствора с рН 2,2 (нормальность раствора по ионам натрия равна 0,2) необходимо использовать следующие основные компоненты: лимонная кислота — 21 г; NaOH—8,4 г; соляная кислота (37 %)—16 мл; и добавки: БРИЙ-35 — 0,1 мл/л; каприловая кислота — 0,1 мл/л; β -тиодигликоль — 5 мл/л (или 0,5 %-ный раствор фенола — 0,2 мл/л буфера) β -тиодигликоль необходим для предотвращения окисления метионина при хранении гидролизатов и растворов свободных аминокислот в цитратном буферном растворе с рН 2,2. Без добавления β -тиодигликоля ошибка количественного определения метионина в образцах может достигать 50 %.

Проведение анализа. Автоклавный гидролиз в 6 н. растворе соляной кислоты. На аналитических весах отвешивают 100—200 мг воздушно-сухого корма (в нем должно содержаться 15—20 мг сырого протеина), переносят его в пробирку и добавляют туда 2—3 капли этилового спирта. Затем корм в пробирке заливают 10—20 мл 6 н. раствора соляной кислоты и пробирку закрывают колпачком или воронкой для предотвращения разбрызгивания кислоты. Пробирки помещают в штативы или бюксы, прилагаемые к автоклаву. Гидролиз проводят в автоклаве под давлением 2,5 атм при температуре 137 °С в течение 2 ч. По завершении гидролиза пробирки охлаждают до комнатной температуры. Гидролизат фильтруют через бумажный или стеклян-

ный фильтр. Фильтрат собирают в небольшую тонкостенную фарфоровую чашечку для выпаривания. Пробирки 2—3 раза ополаскивают небольшими порциями дистиллированной воды. Этой же водой промывают фильтр. Фильтрат упаривают на многогнездной водяной бане при температуре 50—60 °С. Во время упаривания содержимое чашечки помешивают легкими вращательными движениями, чтобы избежать появления ореолов. После удаления соляной кислоты в чашечки добавляют 5—10 мл воды, и упаривание повторяют. Фильтрат упаривают до слегка влажного состояния. Полученный осадок заливают 5—10 мл цитратного буферного раствора, рН которого равна 2,2, и тщательно перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Затем раствор еще раз фильтруют или центрифугируют 10—15 мин при 3000—4000 оборотах в 1 мин. Хранят гидролизаты в холодильнике.

Гидролиз в термостате. 100—200 мг корма переносят в ампулу для гидролиза, смачивают двумя-тремя каплями этилового спирта и приливают туда 10—20 мл 6 н. раствора соляной кислоты. Затем через тонкую тефлоновую трубку со стеклянным наконечником в течение 3—4 мин пропускают из баллона азот особой чистоты. После этого ампулы запаивают и помещают в термостат для проведения гидролиза. Гидролиз длится 24 ч при температуре 105 °С. По окончании гидролиза охлажденные ампулы вскрывают, гидролизат фильтруют, упаривают, осадок после упаривания растворяют, как описано выше, в 5—10 мл цитратного буферного раствора, рН которого равна 2,2.

Получение окисдированных гидролизатов. Непосредственно перед проведением гидролиза готовят окислительную смесь: к 1 мл 30 %-ной перекиси водорода добавляют 9 мл 85 %-ной муравьиной кислоты. Раствор оставляют на 1 ч при комнатной температуре, чтобы получить максимальное количество надмуравьиной кислоты, затем охлаждают до 0 °С в ледяной бане.

Образец корма массой 100—200 мг помещают в фарфоровую чашечку, добавляют надмуравьиную кислоту из расчета 2 мл на 5 мг протеина. Если белок хорошо растворяется, то образец оставляют при комнатной температуре на 4 ч. Если белок плохо растворяется, время окисления увеличивают до 10—15 ч. Затем раствор упаривают, осадок растворяют в 6 н. растворе соляной кислоты и гидролизуют в автоклаве или термостате. В последующем гидролизат подготавливают так, как описано выше.

Метод щелочного гидролиза для определения триптофана. 100 мг тонкоразмолотой и просеянной через сито с 0,5-миллиметровыми отверстиями пробы переносят в стеклянные ампулы, куда добавляют 0,8 г сухой гидроокиси бария и 1,5 мл дистиллированной воды. Ампулы запаивают и помещают в термостат. Гидролиз длится 16—18 ч при температуре 105 °С. По окончании гидролиза содержимое ампул центрифугируют 15—20 мин при 3000 об/мин. Центрифугат затем подкисляют концентрированной соляной кислотой (до pH 2,2) и доводят объем буферным раствором (pH 2,2) до 3—5 мл.

Проведение тонкослойной хроматографии. На пластинку со слоем адсорбента наносят пробу (гидролизат) в виде капли или полоски. Затем пластинку помещают в хроматографическую камеру таким образом, чтобы ее нижний край был погружен в растворитель на 1 см. Продвигаясь по пластинке, растворитель увлекает за собой пробу, причем каждый компонент пробы движется с характерной для него скоростью. Таким образом, на пластинке образуются зоны, в которых находятся отдельные компоненты смеси аминокислот. Обычно эти зоны обрабатывают нингидрином или другим реактивом и проявляют.

Для идентификации определенного компонента на пластинку с пробой наносят стандартный раствор (метчик).

Количественный анализ аминокислот можно вести двумя способами. При первом способе зону, содержащую определенный компонент, снимают с пластинки, экстрагируют и в экстракте колориметрически определяют содержание искомого компонента. При втором способе измеряют с помощью денситометра степень густоты окраски зоны, при этом денситометрическая кривая записывается. По ней и рассчитывают содержание аминокислоты в пробе.

Приборы, материалы, реактивы. Основной комплект для тонкослойной хроматографии ОЕ-304 (Венгрия); экстинкционно-регистрирующий прибор с интегратором ЕРУ-65-М (ГДР); фен «Сюрприз» (или аналогичный); краскопульт «Ореол»; термостат воздушный с регуляцией температуры в пределах 20—70 °С; холодильник бытовой вместимостью 160 л; потенциометр рН-340 (или аналогичный); весы аналитические (ГОСТ 19491—74); микрошприц вместимостью 10 мкл; микропипетки; мерные колбы вместимостью 25, 50 мл; пенициллиновые флаконы; стеклянные трубки диаметром 5—7 мм; мерные цилиндры вместимостью

10, 25, 50, 100, 1000 мл; стаканы химические вместимостью 50 мл; бутылки или канистры вместимостью 3—5 л; стеклянные капилляры; пластинки «Фиксион 50×8» (размер 20×20 см), «Силуфол» и стеклянные пластинки (размер 20×20 см); малый и большой наборы аминокислот (МРТУ 6-69-2530—65 и 6-09-2529—65); нингидрин (МРТУ 6-09-2726—65, ч.); аммиак, 25%-ный раствор (ГОСТ 3760—64, ч. д. а.); пиридин (ГОСТ 13647—68, ч. д. а.); ацетон (ГОСТ 2603—71, ч. д. а.); ледяная уксусная кислота (ГОСТ 61—69); соляная кислота (ГОСТ 3118—67, х. ч.); лимонная кислота (ГОСТ 3652—69, ч.); гидроокись натрия (ГОСТ 4328—77, х. ч.); глицерин (ГОСТ 6259—75, ч. д. а.); тимол (МРТУ 6-09-3274—66, ч. д. а.); уксуснокислый кадмий (ГОСТ 5824—71, ч. д. а.); изопропанол (ТУ 22П—3267, х. ч.); гидроокись бария (ГОСТ 4107—69, ч. д. а.); хлористый натрий (ГОСТ 4233—66); метилцеллозольв (из комплекта реактивов к аминокислотным анализаторам). Вода деионизированная.

Подготовка к анализу. Приготовление буферных растворов. Используют для этого дистиллированную воду и реактивы, перечисленные в табл. 7. Хранят буферные растворы в холодильнике. рН их следует корректировать.

Уравновешивание пластинок «Фиксион». На одну из сторон пластмассовой основы такой пластинки нанесен слой смолы «Дауэкс 50×8» с натрием в форме катиона (Na^+). Перед использованием пластины ионообменный слой необходимо уравновесить, то есть Na^+ в активных центрах

7. Состав буферных растворов

Реактивы	рН буферных растворов					
	3,28 (для уравновешивания)	3,28	3,3	5,23	5,23	6,00
Едкий натр, г·экв/л	0,02	0,200	0,400	0,350	0,350	1,500
Лимоннокислый натрий, моль/л	0,0067	0,067	0,400	0,117	0,117	0,03
Лимонная кислота, г	1,4	14,1	84,0	24,6	24,6	7,0
Едкий натр, г	0,8	8,0	16,0	14,0	14,0	4,0
Хлористый натрий, г	—	—	—	—	—	81,9
Соляная кислота, мл	1,2	12,3	5,9	6,5	6,5	—
Глицерин, мл	—	100	—	—	100	—
Метилцеллозольв, мл	—	—	—	—	—	100

Примечание. Доводят все растворы до 1 л.

частично заместить H^+ . При уравнивании, как и при хроматографии на колонке, создается соответствующая ионная среда, а находящиеся в слое примеси удаляются.

Пластинку «Фиксион» накладывают на стеклянную пластинку стороной, на которую не нанесена смола, и накрывают четырьмя листами фильтровальной бумаги размером 20×30 см. Выступающий через верхний край стеклянной пластинки конец фильтровальной бумаги перегибают и закрепляют резиновым кольцом. Несколько приготовленных таким образом пластин целесообразно сложить в стопку и накрыть дополнительной стеклянной пластинкой для лучшего прилегания фильтровальной бумаги. Стопку пластин помещают в камеру для хроматографирования, куда предварительно наливают буферный раствор слоем 1—1,5 см для уравнивания (рН 3,28). Нижний край пластин должен быть погружен в раствор на 1 см.

Пластины выдерживают в камере в течение суток при комнатной температуре. Затем их вынимают, снимают фильтровальную бумагу и высушивают ее на воздухе. Такие пластины готовы к употреблению. Хранят пластины в темном месте не более 1 месяца.

Подготовка камеры для хроматографии. Чтобы при хроматографическом разделении аминокислот растворитель, продвигаясь по ионообменному слою, не испарялся, камеру для хроматографирования насыщают его парами. Для этого дно и стенки камеры выкладывают фильтровальной бумагой. В камеру наливают растворитель слоем 0,5—1 см. Насыщение камеры проводят в термостате при температуре 50—60 °С. Насыщение заканчивают, когда фильтровальная бумага в камере полностью пропитается буферным раствором.

Подготовка микрошприца. Для нанесения на пластинку «Фиксион» анализируемых и стандартных растворов используют микрошприц вместимостью 10 мкл. Перед нанесением проб из микрошприца удаляют шток, а на верхний конец стеклянного цилиндра надевают резиновую трубку длиной 30 мм, с помощью которой забирают в шприц исследуемые или стандартные растворы. Конец резиновой трубки оставляют открытым.

Для нанесения на пластинку слабокислых гидролизатов конец иглы микрошприца следует обрезать перпендикулярно ее длине на уровне половины скоса и срез зашлифовать на абразивном бруске. Для нанесения сильнокислых гидролизатов металлическую иглу заменяют стеклянным

капилляром, который закрепляют в цилиндре шприца с помощью резинового клея. Каждый раз по окончании работы шприц промывают дистиллированной водой.

Приготовление кадмиево-нингидринового реактива. Реактив этот стабильно окрашивает все аминокислоты, кроме пролина. Для проявления хроматограмм используют смесь растворов А и Б. Для приготовления раствора А 1 г нингидрина растворяют в 100 мл ацетона. Раствор Б готовят из 1 г уксуснокислого кадмия, который растворяют в смеси 50 мл ледяной уксусной кислоты и 100 мл дистиллированной воды. Для проявления двух пластин используют смесь из 50 мл раствора А и 10 мл раствора Б. Раствор А следует готовить непосредственно перед употреблением. Раствор Б можно хранить длительное время.

Приготовление стандартных растворов. Для каждой аминокислоты готовят отдельный стандартный раствор. Для приготовления исходных и рабочих стандартных растворов используют растворитель, приготовленный из смеси 900 мл дистиллированной воды и 100 мл изопропанола. Навеску 0,0625 г чистой аминокислоты помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл и растворяют в 15—20 мл смеси изопропанола и воды, затем содержимое колбы доводят до метки этим же растворителем. В 1 мл такого раствора содержится 0,0025 г аминокислоты.

Для приготовления рабочего стандартного раствора исходный раствор каждой аминокислоты в количестве, со-

8. Таблица расчетов для приготовления стандартных растворов

Предполагаемое содержание ами- нокислоты в кор- ме, г/кг	Объем исходного стандартного ра- створа, мл	Концентра- ция амини- кислоты в рабочем стан- дартном ра- створе		Предполагаемое содержание ами- нокислоты в кор- ме, г/кг	Объем исходного стандартного ра- створа, мл	Концентра- ция амини- кислоты в рабочем стан- дартном ра- створе	
		мг/мл	мкг/мл			мг/мл	мкг/мл
1	0,1	0,01	10	20	2,0	0,2	200
2	0,2	0,02	20	30	3,0	0,3	300
3	0,3	0,03	30	40	4,0	0,4	400
4	0,4	0,04	40	50	5,0	0,5	500
5	0,5	0,05	50	60	6,0	0,6	600
6	0,6	0,06	60	70	7,0	0,7	700
7	0,7	0,07	70	80	8,0	0,8	800
8	0,8	0,08	80	90	9,0	0,9	900
9	0,9	0,09	90	100	10,0	1,0	1000
10	1,0	0,1	100				

ответствующем предполагаемой концентрации данной аминокислоты в корме (табл. 8), переносят в колбу вместимостью 25 мл и доводят водой до метки. Если в 1 кг корма содержится 1 г аминокислоты, то в 0,1 г — 0,0001 г аминокислоты. Исходя из того что 0,1 г корма после гидролиза растворяют в 10 мл растворителя, в 10 мл гидролизата содержится 0,0001 г аминокислоты, а в 1 мл гидролизата — 0,00001 г аминокислоты.

Проведение анализа. *Подготовка пластинок «Фиксион».* Перед нанесением гидролизата пластинки зачищают по краям для более равномерного продвижения буферного раствора. Для этого на пластинку накладывают с краю линейку, оставляя незакрытой полоску шириной 3 мм, с которой скальпелем счищают ионообменный слой. На расстоянии 2 см от нижнего края пластинки мягким простым карандашом проводят линию старта. На линии старта отмечают места нанесения полосок, причем на одной пластинке размещают семь полосок. Гидролизат наносят четырехкратно в точках, обозначенных номерами 2, 3, 5, 6, а стандартные рабочие растворы — трехкратно в точках 1, 4, 7.

Техника нанесения растворов на пластинки. Гидролизаты и стандартные рабочие растворы наносят на хроматографические пластинки таким образом, чтобы вся проба раствора (10 мкл) умещалась в полоске длиной 10 мм и шириной не более 2 мм. Делают это следующим образом: первую каплю раствора наносят на край полоски, следующую — на край предыдущей капли и так далее до тех пор, пока не будет достигнут другой край полоски. После этого нанесенную на пластинку пробу необходимо высушить феном. На высушенную полоску вновь таким же образом наносят оставшийся раствор. Затем полоску снова высушивают. Эти операции повторяют до тех пор, пока не будет нанесено 10 мкл раствора.

Хроматографирование. После нанесения гидролизата пластинку «Фиксион» кладут обратной стороной на стеклянную пластинку и с помощью полоски из плексигласа и резинового кольца прикрепляют к пластинкам фильтровальную бумагу, которая является приемником для прошедшего пластинку раствора. Затем пластинки помещают в предварительно нагретую до 60 °С камеру так, чтобы нижний край их был погружен в буферный раствор, рН которого равен 3,3.

Камеру помещают в термостат при температуре 60 °С.

В одной камере можно установить две пластинки. Хроматографирование продолжают в течение 5 ч. Затем пластинки вынимают из камеры и освобождают от резинового кольца. Не снимая со стекла, хроматографические пластинки высушивают при комнатной температуре. Высушенную пластинку (без стекла) помещают в камеру для опрыскивания.

Проявление хроматограмм. Кадмиево-нигидриновый реактив распыляют с помощью краскопульта «Ореол». Первые крупные капли не следует направлять на пластинку. Опрыскивают пластинки в резиновых перчатках (в вытяжном шкафу) до полного смачивания всей их поверхности, при этом реактив следует наносить равномерно, без потеков. После опрыскивания пластинку высушивают на воздухе, накрывают стеклом и оставляют в темном месте на ночь при комнатной температуре для полного развития окраски зон аминокислот. Проявленную пластинку можно хранить несколько дней в коробке под стеклом.

При необходимости быстро получить результаты анализа пластинку после опрыскивания и высушивания на воздухе помещают в термостат и выдерживают там 5—6 мин при температуре 40 °С. При этом окраска развивается значительно быстрее, но появляется фон, который уменьшает чувствительность анализа.

Денситометрирование. Пластинку разрезают на отдельные хроматограммы. На каждой хроматограмме мягким карандашом записывают номер пластинки и номер хроматограммы. Каждую хроматограмму поочередно помещают на предметное стекло денситометра. По бокам стекла укладывают черные экранирующие металлические пластины так, чтобы они лежали строго параллельно и закрывали только края пятен. Сверху хроматограмму накрывают покровным стеклом и вместе с рамкой вставляют в гнездо денситометра. На планшет денситометра укладывают лист миллиметровой бумаги. В верхнем правом углу листа ставят дату денситометрирования, номер пластины, номер образца, номер хроматограммы и объем нанесенного гидролизата. Включив денситометр, с помощью рукоятки устанавливают перо самописца на нуль, то есть добиваются совпадения рисок на рукоятке пера и на планшете. В процессе денситометрирования получают записанную самописцем прибора денситограмму, на которой более интенсивно окрашенному пятну соответствует более высокий пик кривой. Площадь каждого пика пропорциональна количеству аминокислоты в пятне.

Описание денситометра и инструкция по его использованию прилагаются к прибору.

Обработка результатов. Для расчета площади пика (S , мм²) на денситограмме проводят базовую линию, касательную к двум минимумам, и высоту (h , мм), проходящую через максимум кривой параллельно оси ординат (высота равна расстоянию от максимума пика до базовой линии). На уровне половины высоты проводят линию, параллельную базовой. Отрезок, отсекаемый на этой линии кривой, называется полушириной пика (cd , мм). Площадь пика находят по формуле: $S = h \cdot cd$.

В пределах определения на одной пластинке взаимосвязь концентраций аминокислот в стандартных растворах и гидролизатах выражается пропорцией

$$\frac{C_{\text{гид}}}{C_{\text{ст. р}}} = \frac{S_{\text{гид}}}{S_{\text{ст. р}}}$$

Следовательно,

$$C_{\text{гид}} = \frac{C_{\text{ст. р}} \cdot S_{\text{гид}}}{S_{\text{ст. р}}}$$

Содержание аминокислоты в корме рассчитывают по формуле

$$x = \frac{S_{\text{гид}} \cdot C_{\text{ст. р}} \cdot V_{\text{гид}} \cdot 1000}{S_{\text{ст. р}} \cdot m},$$

где x — содержание аминокислоты в корме, г/кг; $C_{\text{гид}}$ — концентрация аминокислоты в гидролизате, мг/мл; $C_{\text{ст. р}}$ — концентрация аминокислоты в стандартном растворе, мг/мл; $V_{\text{гид}}$ — объем гидролизата, мл; m — навеска корма, мг; $S_{\text{гид}}$ — площадь пика гидролизата, мм², 1000 — коэффициент пересчета на 1 кг корма; $S_{\text{ст. р}}$ — площадь пика стандартного раствора, мм².

Если на денситограмме невозможно определить полуширину пика, то следует исходить из того, что концентрация аминокислоты пропорциональна высоте пика. В этом случае содержание аминокислот в корме рассчитывают по формуле

$$x = \frac{h_{\text{гид}} \cdot C_{\text{ст. р}} \cdot V_{\text{гид}} \cdot 1000}{h_{\text{ст. р}} \cdot m},$$

где $h_{\text{гид}}$ — высота пика гидролизата, мм; $h_{\text{ст. р}}$ — высота пика стандартного раствора, мм; $C_{\text{ст. р}}$ — концентрация аминокислоты в стандартном растворе, мг/мл; $V_{\text{гид}}$ — объем гидролизата, мл; m — навеска корма, мг; 1000 — коэффициент пересчета на 1 кг корма.

Расчет содержания аминокислот по последней формуле менее точен, чем по предпоследней.

Пример. Допустим, навеска корма $m=0,1 \text{ г}=100 \text{ мг}$; $V_{\text{гид}}=10 \text{ мл}$; $C_{\text{ст.р}}=0,1 \text{ мг/мл}$. Отсюда содержание, например, лизина составит:

$$\frac{39 \cdot 0,1 \cdot 10 \cdot 1000}{51 \cdot 100} = 7,0 \text{ г/кг.}$$

Определение содержания триптофана в щелочных гидролизатах. Методика подготовки проб кормов к анализу, проведение анализа, подготовка пластинок «Фиксион», нанесение на них растворов, хроматографирование, проявление хроматограмм, денситометрирование и обработка результатов описаны выше.

Хроматографирование проводят при комнатной температуре. Камера для хроматографирования может быть изготовлена из плексигласа. В камеру наливают буферный раствор слоем 1 см, рН которого равен 6,0. Хроматографирование заканчивают, когда фронт растворителя поднимается на 18—19 см от нижнего края пластинки.

Ускоренный анализ кормов на содержание лизина. *Подготовка к анализу — приготовление растворителя.* Растворитель готовят из пиридина (3 части), аммиака (1 часть) и воды (1 часть). В колбе вместимостью 1000 мл смешивают 600 мл пиридина, 200 мл аммиака и 200 мл воды. Правильно приготовленный растворитель должен быть прозрачным.

Очистка пластинок «Силуфол». Последние представляют собой тонкий слой селикагеля, закрепленный крахмалом на алюминиевой фольге. Перед использованием пластинок «Силуфол» их следует очистить методом проточной хроматографии. Для этого используют стеклянный прямоугольный сосуд высотой 14 см, закрытый крышкой с прорезями. На дно сосуда наливают растворитель. В прорези на крышке вставляют пластинки так, чтобы один край их был погружен в растворитель, а другой выступал над крышкой примерно на 1 см.

В результате продвижения и высыхания поднимающегося по пластинке растворителя все примеси скапливаются на выступающем над крышкой крае пластинки. Очистку пластинок с помощью проточной хроматографии продолжают в течение 8—9 ч. Затем пластинки высушивают. Хранить их следует не более недели.

Подготовка камеры для хроматографии, подготовка микрошприца, приготовление кадмиево-нингидринового реактива и стандартных растворов описаны выше.

Проведение анализа — разметка пластин. На расстоянии 20 мм от того края пластинки, который был опущен в

растворитель при ее очистке, проводят мягким простым карандашом линию старта. На ней на равном расстоянии друг от друга откладывают шесть полосок шириной 10 мм, причем две крайние полоски наносят на расстоянии 15—20 мм от боковых сторон пластинки «Силуфол».

Хроматографирование. На первую, вторую и третью полоски наносят стандартный раствор, а на четвертую, пятую и шестую — солянокислый гидролизат. На каждую полоску микрошприцем наносят по 2 мкл раствора. Хроматографируют в смеси растворителей, состоящей из пиридина, аммиака и воды, при комнатной температуре до тех пор, пока фронт растворителя не поднимется на 14 см от нижнего края пластинки. Методика проявления хроматограмм и денситометрирование описаны выше.

При определении лизина денситометрируют в отраженном свете, так как пластины «Силуфол» непрозрачны. Для этого соответствующую рукоятку устанавливают в левом положении.

Результаты денситометрирования обрабатывают и рассчитывают содержание лизина в кормах по схеме, приведенной на страницах 44, 45.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА В КОРМАХ

При анализе содержания жира одновременно в образцах нескольких кормов наиболее удобно пользоваться методом С. В. Рушковского (определение жира по количеству обезжиренного остатка). Метод основан на извлечении жира органическими растворителями: серным (температура кипения 35 °С) или петролейным (30—80 °С) эфиром, бензином (80—105 °С), бензолом (80,3 °С), сероуглеродом (46 °С), четыреххлористым углеродом (76,5 °С), трихлорэтиленом (85 °С) и некоторыми другими. Органические растворители извлекают из корма не только нейтральные жиры, но и воскообразные вещества, фосфатиды, альдегиды, кетоны, сернистые соединения, органические кислоты, смолы, красящие вещества и т. д. Обычно такой общий экстракт носит название сырого жира.

В состав природных жиров входят незаменимые ненасыщенные жирные кислоты, такие как линоленовая, линолевая, арахидоновая и некоторые другие. Эти жирные кислоты должны обязательно поступать в организм животного

с кормами, так как они здесь не синтезируются. При недостатке указанных жирных кислот у животного возникает ряд заболеваний (дерматиты, авитаминозы). При дефиците жира с кормами в организм поступает обычно мало растворимых в жире витаминов (А, D, E, K).

Приборы, посуда и реактивы. Аппарат Сокслета, органический растворитель (в лабораториях чаще используют серный или петролейный эфир), сушильный шкаф, бюксы, эксикатор, бумажные пакетики из фильтровальной бумаги.

Аппарат Сокслета (рис. 3). Состоит из колбы-испарителя, экстрактора и шарикового холодильника. Экстрактор снабжен двумя трубками — одной более широкой, другой — узкой (сифон), по которой сливается эфир. Перед работой аппарат Сокслета собирают, то есть колбу для растворителя соединяют с экстрактором, а экстрактор — с холодильником. В собранном виде аппарат Сокслета укрепляют в штативе Бунзена.

Ход определения. 1. Приготовив пакетики из фильтровальной бумаги, помещают их в бюксы и высушивают в сушильном шкафу при температуре $100-105^{\circ}\text{C}$, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. В пакетик насыпают 1—2 г корма, помещают в бюкс и высушивают в термостате при температуре $100-105^{\circ}\text{C}$ до постоянной массы.

2. Высушенные и взвешенные в бюксах пакетики с кормом (на пакетиках пишут простым карандашом номер бюкса) помещают в экстрактор аппарата Сокслета, заливают эфиром и оставляют на ночь. На следующий день приливают в экстрактор столько эфира, чтобы после его сливания из экстрактора в нем оставался еще некоторый избыток (50—25 мл) эфира.

3. Колбу аппарата Сокслета ставят на водяную баню, нагревают на медленном огне (растворитель не должен сильно кипеть). Нагреваясь в колбе, эфир испаряется и подни-

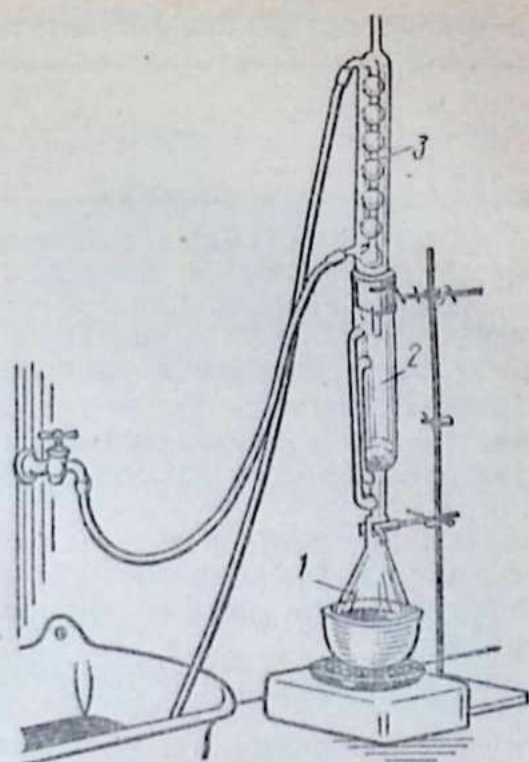


Рис. 3. Аппарат Сокслета:
1 — колба; 2 — экстрактор; 3 — холодильник

9. Форма для записи результатов определения сырого жира

Показатели	Определение	
	первое	второе
Масса стаканчика с фильтром и кормом после высушивания при 100—105 °С, г		
Масса стаканчика с фильтром и кормом после экстрагирования и высушивания при 100—105 °С, г		
Масса жира в навеске корма, г		
Навеска корма в воздушно-сухом состоянии, г		
Содержание жира в воздушно-сухом веществе корма, %		
Среднее между первым и вторым определениями		
Содержание жира в первоначальном веществе, %		
Содержание жира в абсолютно сухом веществе корма, %		

мается по широкой трубке экстрактора в холодильник. В холодильнике эфир конденсируется и каплями стекает в экстрактор, где находятся пакетики с исследуемым кормом. Как только экстрактор наполнится эфиром до верхнего изгиба сифонной трубки, эфир с растворенным в нем жиром начинает стекать по сифонной трубке в колбу.

4. При равномерной экстракции в течение 1 ч происходит 4—5 сливаний эфира. Корма, богатые жиром, экстрагируют 10—12 ч, а корма с низким содержанием жира — 5—6 ч.

5. По окончании экстракции пакетики вынимают, раскладывают на большом часовом стекле и высушивают в вытяжном шкафу. Затем пакетики помещают в соответствующие бюксы, ставят их в термостат и высушивают при 100—105 °С до постоянной массы. Результаты исследований записывают в форму (табл. 9).

6. Содержание сырого жира корма вычисляют по формуле

$$x = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{b},$$

где x — содержание сырого жира в исследуемом корме, %; m — масса бюксы и пакетика с навеской корма после высушивания до экстрагирования жира; m_1 — масса бюксы и пакетика с навеской после экстрагирования и высушивания; b — навеска корма в воздушно-сухом состоянии; 100 — коэффициент для пересчета в проценты.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА ЭКСТРАГИРОВАНИЕМ ЭТИЛОВЫМ ЭФИРОМ

Сущность метода заключается в определении количества жира, экстрагированного из навески корма этиловым эфиром.

Приборы, посуда и реактивы. Аналитические весы, прибор Сокслета, баня водяная электрическая (или угольная электрическая лампочка), шкаф сушильный электрический СЭШ или аналогичного типа, фильтровальная бумага, вата сухая обезжиренная гигроскопическая, эфир этиловый.

Ход определения. 1. Из куса фильтровальной бумаги размером 480—100 мм изготавливают патрон, наворачивая бумагу на деревянную болванку. Свободный край бумаги подворачивают складками для образования доньшка патрона. Бумагу и болванку берут таких размеров, чтобы стенки патрона получились двойными, а его диаметр примерно соответствовал диаметру экстрактора.

2. Предварительно высушенную и взвешенную колбочку прибора приблизительно на $\frac{2}{3}$ объема наполняют чистым безводным этиловым эфиром с температурой кипения 36 °С и присоединяют к экстрактору.

3. Отвесив на весах 10 г корма с точностью не более 0,0002 г, помещают его в заранее взвешенный бумажный патрон.

4. На дно патрона и выше образца корма кладут обезжиренную гигроскопическую вату. Патрон с кормом помещают в среднюю часть прибора Сокслета так, чтобы он не был выше выходного отверстия сифонной трубки.

5. Пускают воду в холодильник и нагревают колбу с эфиром на электрической водяной бане при температуре 50—60 °С или над электрической угольной лампочкой, регулируя температуру нагрева так, чтобы экстрактор заполнялся эфиром в течение 6—8 мин. Из-за легкой воспламеняемости эфира при его перегонке необходимо избегать близости огня. Чтобы избежать потерь, эфиру в колбочке не дают кипеть слишком бурно.

6. По окончании экстрагирования и охлаждения прибора холодильник и экстрактор разъединяют для проверки степени извлечения жира. Для этого смачивают конец полоски фильтровальной бумаги эфиром из экстрактора, если после испарения эфира на фильтровальной бумаге не оста-

ется жирного пятна, экстрагирование считают законченным.

7. Присоединив колбочку с эфирной вытяжкой к холодильнику Либиха, отгоняют эфир, нагревая колбочку на водяной бане при температуре воды до 70 °С. Для удаления следов эфира после его отгонки колбочку помещают на 15—20 мин на верх нагретого сушильного шкафа, а затем переносят в сушильный шкаф, где жир высушивают при температуре 100 °С до постоянной массы или до конца увеличения его массы. Первый раз взвешивают через 1 ч после сушки жира в колбе, а в последующем — через 30 мин.

8. Содержание сырого жира вычисляют по формуле

$$x = \frac{m_1 - m}{m_2} \cdot 100,$$

где x — содержание сырого жира, %; m — масса сухой колбы, г; m_1 — масса колбы с жиром, г; m_2 — масса навески корма, г.

Допустимые расхождения между результатами двух смежных определений не должны превышать $\pm 0,2$ %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА ЭКСТРАГИРОВАНИЕМ БЕНЗИНОМ ИЛИ БЕНЗОЛОМ

Сущность метода заключается в определении количества обезжиренного остатка корма после экстрагирования из него жира бензином или бензолом.

Приборы, посуда и реактивы. Аналитические весы, баня водяная электрическая, колба плоскодонная вместимостью 250 мл, обратный холодильник воздушный (стеклянная трубка длиной 30—40 см с внутренним диаметром 10 мм), штатив Бунзена, стеклянные стаканчики (бюксы), бумага фильтровальная, вата сухая обезжиренная гигроскопическая, стекло часовое, пробки резиновые, бензин, бензол.

Ход определения. 1. Из фильтровальной бумаги размером 100×90 мм готовят пакетики или патрон размером 10×40 мм, помещают их в бюксу и высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2. В зависимости от содержания в корме жира отвешивают и помещают в пакетик или патрон 1—2 г корма. На каждом пакетике или патроне проставляют простым карандашом номер. Пакетик или патрон с кормом помещают в

бюксу и высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3. Высушенные и взвешенные в бюксе пакетики или патроны с навеской корма помещают в колбу вместимостью 250 мл и заливают бензином или бензолом.

4. Колбу закрывают пробкой с воздушным холодильником и ставят на водяную баню, которую нагревают на медленном огне (растворитель не должен сильно кипеть). Температура кипения бензина 80—105 °С, бензола 80,3 °С.

5. Корма, богатые жиром, экстрагируют в течение 10—12 ч, корма с низким содержанием жира — 5—6 ч. Порции растворителя меняют 6—10 раз, через каждые 1½—2 ч работы. Одновременно можно экстрагировать несколько проб кормов.

6. По окончании экстрагирования пакетики или патроны вынимают, раскладывают на большом часовом стекле и подсушивают на воздухе. Затем их помещают в соответствующие бюксы и высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С до постоянной массы.

Содержание сырого жира вычисляют по формуле

$$x = \frac{m_1 - m}{m_2} \cdot 100,$$

где x — содержание сырого жира, %; m_1 — масса бюксы или патрона с образцом корма до экстрагирования, г; m — масса бюксы или патрона с кормом после экстрагирования, г; m_2 — масса навески корма, г.

Допустимые расхождения между результатами двух смежных определений не должны превышать $\pm 0,3$ %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОЙ КЛЕТЧАТКИ ПО ГЕННЕБЕРГУ И ШТОМАНУ (МОДИФИКАЦИЯ ЦИНАО)

Результаты определения сырой клетчатки по Геннебергу и Штоману отражают наиболее тесную связь ее содержания с энергетической (общей) питательностью кормов. Данная модификация определения клетчатки в корме позволяет сократить продолжительность анализа в результате использования при гидролизе более концентрированных реагентов. Кислота более высокой концентрации способствует также разжижению в концентратах крахмального клейстера и убыстряет фильтрование и отсасывание гидролизатов.

Метод определения сырой клетчатки основан на обработке исследуемого вещества растворами серной кислоты и едкой щелочи, спиртом и эфиром. Под действием серной кислоты при кипячении нерастворимые углеводы (крахмал и частично гемицеллюлозы) гидролизуются и, кроме того, в раствор переходят амидные соединения, амины, частично алкалоиды и минеральные вещества.

Щелочь переводит в растворимое состояние белковые вещества, жиры и жироподобные вещества, омыляя и эмульгируя их; кроме того, щелочь растворяет значительную часть оставшихся гемицеллюлоз и частично лигнина.

С помощью спирта и эфира извлекают растворимые в них вещества, остатки жира, воска, красящие вещества и др.

После воздействия перечисленных выше растворителей в остатке получают сырую клетчатку. Сырой ее называют потому, что указанные реагенты не полностью удаляют сопутствующие клетчатке вещества: лигнин, гемицеллюлозы, пентозаны, минеральные вещества и др.

Приборы и реактивы. Весы аналитические с точностью взвешивания до 0,0002 г, шкаф сушильный, нагревательный прибор (плитка электрическая или газовая горелка с асбестовой сеткой), насос вакуумный или водоструйный, эксикатор, стеклянные бюксы пронумерованные, химические стаканы вместимостью 400—500 мл, воронки Джандиери (в расширенной части ее находится плоская стеклянная пластинка с отверстиями диаметром 1—1,5 мм), воронки стеклянные диаметром 7 см, воронки Бюхнера диаметром 8—10 см, мерные цилиндры вместимостью 10, 25, 100 и 200 мл, промывалка лабораторная стеклянная, колбы Бунзена вместимостью 2—3 л, колбы мерные вместимостью 1000 мл, стеклянные палочки длиной около 20 см с резиновым наконечником, бумага фильтровальная быстрой фильтрации ФОб (ГОСТ 120.26—76), лакмусовая бумага красная и синяя, серная кислота х. ч., гидроокись калия х. ч., спирт этиловый, эфир серный.

Приготовление реактивов. Для приготовления 4%-ного раствора серной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 мл наливают около 800 мл дистиллированной воды, затем вносят туда 23,3 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ и после охлаждения объем содержимого доводят дистиллированной водой до 1 л.

Приготовление 5 %-ного раствора гидроокиси калия: 50 г КОН переносят в мерную колбу и растворяют в дистил-

лированной воде; после охлаждения доводят водой до 1 л.

Ход определения. 1. В сушильный стаканчик с крышкой помещают бумажный фильтр диаметром, равным размеру воронки Бюхнера, высушивают в течение 1—1½ ч в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С и после охлаждения в эксикаторе взвешивают.

2. Взвесив на аналитических весах в мерном цилиндре примерно 1,5 г тонко измельченного воздушно-сухого грубого или сочного корма (концентратов около 2 г), переносят корм в химический стакан вместимостью 400—500 мл и взвешивают пустой цилиндр. По разности масс цилиндра с веществом и пустого цилиндра находят массу корма.

3. К образцу корма в стакане с меткой на 200 мл, сделанной восковым карандашом или наклеенной полоской бумаги, приливают 200 мл 4 %-ного раствора серной кислоты, предварительно нагретой до 70—80 °С.

4. Смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой с резиновым наконечником, нагревают на плитке и кипятят 5 мин.

5. Затем стакан снимают с плитки, осадку дают отстояться, горячий раствор отсасывают. Удобнее пользоваться при этом прибором, изображенным на рис. 4. Состоит он из колбы Бунзена или толстостенной конической колбы, соединенной каучуковой трубкой с водоструйным или вакуумным насосом. В резиновую пробку, плотно закрывающую колбу, вмонтирована изогнутая стеклянная трубка, к которой присоединяется с помощью каучуковой трубки воронка Джандиери. Для кормов, содержащих не менее 3 % клетчатки, можно использовать обычную воронку, обтянутую тканью капронового сита с отверстиями не более 0,1 мм.

6. Перед началом отсасывания на воронку Джандиери кладут смоченный кружок фильтровальной бумаги, соответствующий размерам воронки. Насос приводят в действие, и бумага плотно присасывается к пластинке воронки. Воронку с фильтром опускают в стакан до соприкосновения с жидкостью (погружать глубоко в жидкость не рекомендуется). Под действием разрежения жидкость отсасывается в колбу Бунзена (по мере понижения уровня раст-

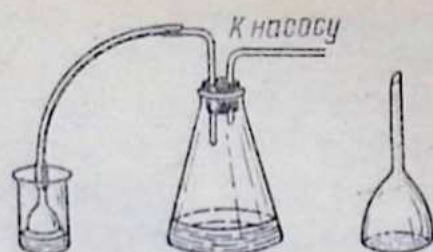


Рис. 4. Установка для отсасывания гидролизата и отмывания сырой клетчатки

вора в стакане воронку опускают). Отсасывают жидкость не досуха. Затем воронку из стакана вынимают, переворачивают ее фильтром вверх и оставшейся жидкости дают стечь в колбу. После этого фильтр снимают пинцетом, прикладывают его к внутренней стенке стакана и сильной струей горячей дистиллированной воды из промывалки смывают приставшие частицы. При использовании воронки, обтянутой тканью, тщательно обмывают горячей водой тканевый фильтр. Затем в стакан приливают горячей воды до 200 мл, присасывают к воронке новый фильтр и, дав осадку возможность осесть, снова отсасывают жидкость. Эти операции повторяют трижды. После отсасывания жидкости фильтр отмывают небольшим количеством воды.

7. В стакан с осадком приливают 100 мл 5 %-ного раствора щелочи и дистиллированной водой доводят содержимое в стакане до 200 мл (концентрация щелочи в стакане составит 2,5 %).

8. Содержимое стакана вновь нагревают до кипения, кипятят в течение 5 мин, периодически помешивая, после чего фильтруют через воронку Бюхнера с бумажным фильтром. Массу фильтра вместе с бюксой в сухом состоянии определяют заранее. Осадок на воронке Бюхнера тщательно промывают от щелочи горячей дистиллированной водой (проба на лакмус), а затем 15 мл спирта и 15 мл эфира.

После обработки корма щелочью можно отсасывать жидкость и промывать осадок горячей дистиллированной водой до нейтральной реакции на красный лакмус, как и после обработки вещества серной кислотой. Оставшийся раствор с осадком переносят затем на помещенный в воронку бумажный фильтр, масса которого вместе с бюксой в сухом состоянии определена заранее. При этом стакан промывают несколько раз горячей водой, чтобы все частички клетчатки перенести на фильтр. Клетчатку на фильтре промывают 15 мл спирта и 15 мл эфира.

9. Промытый таким образом осадок переносят вместе с фильтром из воронки Бюхнера или из стеклянной воронки (в зависимости от метода анализа) в ту же бюксу, в которой высушивали пустой фильтр, после чего сушат в сушильном шкафу при 100—105°C в течение 4 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах.

10. Зная общую массу бюксы с фильтром и осадком, а также массу фильтра и бюксы, по разнице показателей определяют массу сырой клетчатки в воздушно-сухом ве-

10. Форма для записи результатов анализа корма на содержание сырой клетчатки

Показатели	Определение	
	первое	второе

Масса цилиндра с кормом, г
 Масса пустого цилиндра, г
 Навеска корма, г
 Масса бюксы с фильтром, г
 Масса бюксы с фильтром и клетчаткой после высушивания при 100—105 °С, г
 Масса клетчатки, г
 Содержание клетчатки в воздушно-сухом корме, %
 Среднее содержание клетчатки между первым и вторым определением, %
 Содержание клетчатки в первоначальном корме, %
 Содержание клетчатки в абсолютно сухом веществе корма, %

ществе. Результаты исследований записывают в форму (табл. 10).

Содержание сырой клетчатки в воздушно-сухом корме (x, %) определяют по формуле

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

где b — масса сырой клетчатки, г; a — навеска корма, г; 100 — коэффициент для пересчета в проценты.

П р и м е р. Навеска корма 1,4850 г; масса бюксы с фильтром 30,1706 г; масса бюксы с фильтром и сырой клетчаткой после высушивания 30,5910 г. Отсюда масса сырой клетчатки равна 30,5910 — 30,1706 = 0,4204 г. Следовательно, в воздушно-сухом корме сырой клетчатки содержится:

$$x = \frac{0,4204 \cdot 100}{1,4850} = 28,30\%.$$

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРАХМАЛА

Крахмал — запасное питательное вещество растений. Небольшое его количество всегда содержится в зеленых листьях, в больших количествах он накапливается в семенах и клубнях некоторых растений.

Детализированные нормы кормления сельскохозяйственных животных предусматривают нормирование крах-

мала, поэтому определение крахмала в кормах очень важно.

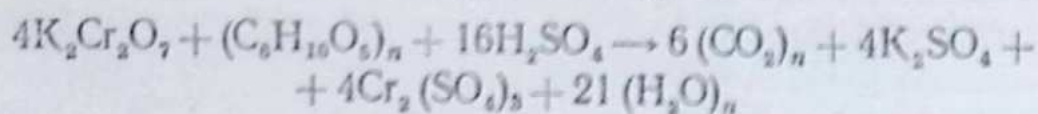
Крахмал состоит из двух высокомолекулярных полисахаридов — амилозы и амилопектина, содержание которых в крахмале зависит от вида растения, его возраста, а также органа, из которого выделен крахмал.

Определение крахмала кислотным гидролизом с последующим определением глюкозы нельзя считать удовлетворительным, так как при кислотном гидролизе растительного материала расщепляется не только крахмал, но и гемицеллюлозы, а также все низкомолекулярные полисахариды. Поэтому при использовании этого метода прежде всего необходимо количественно выделить крахмал и лишь затем гидролизовать его и определять содержание глюкозы. Метод ферментативного расщепления крахмала очень громоздок. Для определения крахмала можно воспользоваться объемным методом.

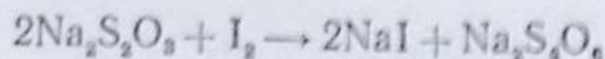
Объемный метод определения крахмала. Объемный метод — один из наиболее быстрых и достаточно точных способов определения крахмала, предложен Х. Починком (методика взята из книги «Практикум по биохимии растений». — Б. П. Плешков. М.: Колос, 1976). Данный метод пригоден для анализа всех растительных объектов.

Принцип метода. Крахмал переводят в раствор и осаждают в виде комплексного соединения крахмала с йодом. Затем окисляют крахмал в кислой среде бихроматом калия до углекислого газа и воды.

Окисление идет по следующему уравнению:



Избыток бихромата калия разрушают йодистым калием, в результате чего выделяется йод, который затем оттитровывают гипосульфитом:



По количеству гипосульфита вычисляют содержание крахмала.

Оборудование и посуда. Аналитические весы с точностью взвешивания до 0,0002 г; центрифуга; фарфоровые ступки; колбы конические емкостью 100 и 200 мл; мерные колбы емкостью 100, 250, 1000 мл; воронки; стаканы; пипетки; центрифужные пробирки, бюретки; фильтры.

Реактивы. 80 %-ный раствор $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, для его приготовления 200 г $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ растворяют в воде и доводят до 250 мл; 5 %-ный раствор азотнокислого кальция — готовят из 80 %-ного; 0,5 %-ный раствор йода в йодистом калии — 10 г KI и 5 г I_2 растирают в ступке вначале без воды, а затем с 10 мл воды, количественно переносят в мерную колбу емкостью 1 л и доводят водой до метки; 20 %-ный раствор йодистого калия; 0,25 н. раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в серной кислоте — 12,3 г двуххромовокислого калия растворяют в 250 мл воды в двухлитровой колбе и постепенно при охлаждении и помешивании прибавляют в колбу 800 мл концентрированной H_2SO_4 плотностью 1,84, после охлаждения переносят в темную склянку с притертой пробкой; 0,1 н. раствор гипосульфита; 0,5 %-ный раствор крахмала.

Ход определения. 1. Навеску растительного материала, содержащего 20—200 мг крахмала (зерна 200—300 мг, клубней картофеля около 1 г, травы 3 г; при необходимости обезводить траву используют только лиофильную сушку), переносят в фарфоровую ступку.

2. В ступку добавляют 5 мл 80 %-ного раствора азотнокислого кальция и навеску тщательно растирают.

3. Содержимое ступки переносят в коническую колбу емкостью 150—200 мл, ступку несколько раз ополаскивают небольшими порциями 80 %-ного раствора азотнокислого кальция (общий объем раствора в колбе не должен превышать 30 мл).

4. Колбу накрывают воронкой, ставят на газовую горелку или плитку и слабо кипятят в течение 3 мин (при этом крахмал переходит в раствор).

5. После охлаждения содержимое колбы переносят в мерную колбу емкостью на 100 мл. Коническую колбу несколько раз ополаскивают и доводят раствор в мерной колбе до метки.

6. Содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр в сухой стакан или колбу.

7. Берут (пипеткой) 5 мл фильтрата (при анализе кормов с низким содержанием крахмала — трава, сено — 10 мл) и переносят в центрифужную пробирку.

8. В пробирку приливают 2 мл раствора йода в йодистом калии, перемешивают стеклянной палочкой, затем палочку ополаскивают небольшим количеством воды и пробирку оставляют на 30 мин. В результате реакции

образуется нерастворимое соединение крахмала с йодом, которое выпадает в осадок (содержание йода в этом комплексе составляет около 15 %).

9. Через 30 мин пробирку с содержимым центрифугируют в течение 5—6 мин при 4—5 тыс. об/мин.

10. Прозрачный раствор из центрифужной пробирки сливают, а осадок йодкрахмального комплекса несколько раз промывают 5 %-ным раствором $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$. При этом каждый раз в пробирку добавляют по 5 мл азотнокислого кальция, содержимое пробирки тщательно перемешивают стеклянной палочкой, палочку ополаскивают водой, затем центрифугируют 5—6 мин, и прозрачный раствор сливают. Такое промывание и центрифугирование производят 4—6 раз.

11. Промытый осадок комплекса крахмала с йодом переносят в коническую колбу емкостью 200 мл, центрифужную пробирку тщательно (несколько раз) промывают небольшими порциями воды (общий объем воды не должен превышать 3 мл).

12. В колбу приливают 10 мл 0,25 н. раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в 85 %-ной серной кислоте, содержимое колбы перемешивают и сразу же помещают на 15 мин на кипящую водяную баню. При этом крахмал окисляется бихроматом калия до углекислого газа и воды.

13. Колбу охлаждают и приливают в нее 5 мл 20 %-ного раствора йодистого калия (который, реагируя с бихроматом, выделяет йод) и 120 мл воды. Выделившийся йод оттитровывают 0,1 н. раствором гипосульфита (титрование ведут до появления желтой окраски).

14. В колбу приливают 1 мл 0,5 %-ного раствора крахмала и титруют при энергичном взбалтывании до перехода сине-голубой окраски в очень слабо-голубую.

Расчеты показывают, что 1 мл точно 0,1 н. раствора гипосульфита соответствует 0,675 мг крахмала.

Вычисление результатов. При расчете необходимо знать, какое количество гипосульфита затрачивается на контрольное титрование для разрушения йода, выделившегося в результате реакции $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ и KI . Для этого в коническую колбу емкостью 200 мл берут 120 мл воды, точно 10 мл 0,25 н. раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ и 5 мл 20 %-ного раствора йодистого калия. Содержимое колбы тщательно перемешивают и титруют 0,1 н. раствором гипосульфита, как указано выше.

Содержание крахмала в корме рассчитывают по сле-

дующей формуле:

$$x = \frac{0,675 \cdot b \cdot T \cdot (a - a_1) \cdot 100}{b_1 \cdot H},$$

где x — содержание крахмала, %; a — количество 0,1 н. раствора гипосульфита, затраченного при контрольном титровании, мл; a_1 — количество 0,1 н. раствора гипосульфита, затраченного при определении крахмала, мл; b — объем, в котором растворена навеска исследуемого вещества (обычно 100 мл); b_1 — объем раствора, взятого для осаждения крахмала (5 или 10 мл); T — поправка к титру 0,1 н. раствора гипосульфита; H — навеска растительного материала, мг; 100 — перевод в проценты.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ САХАРОВ ЦЕНТРИФУЖНЫМ МЕТОДОМ БЕРТРАНА — БЬЕРИ (МОДИФИКАЦИЯ Е. А. ПЕТУХОВОЙ)

Наиболее распространенные сахара в растительных кормах — моносахариды (глюкоза и фруктоза) и дисахариды (сахароза и мальтоза). Химические методы количественного определения сахаров основаны на их способности восстанавливать в щелочной среде сернистую окись меди в закись и учета последней. Таким путем могут быть определены только редуцирующие сахара, в состав которых входит свободная альдегидная или кетонная группа. Дисахариды определяют тем же методом, но лишь после их гидролиза разбавленными минеральными кислотами.

Реактивы и их приготовление: 1) 10 %-ный раствор нейтрального уксуснокислого свинца; 2) насыщенный (20 %-ный) раствор сернокислого натрия; 3) углекислый натрий или кальций; 4) соляная кислота, разбавленная 1 : 1; 5) 30 %-ный раствор сернокислого цинка ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, х. ч.). Можно использовать уксуснокислый цинк ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, ч. д. а.), из которого готовят 23 %-ный раствор; 6) 15 %-ный раствор желтой кровяной соли $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, х. ч.; 7) 8 %-ный раствор сернокислой меди ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, ч. д. а.). После приготовления раствор фильтруют; 8) щелочной раствор сегнетовой соли ($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$). 300 г едкого натра (NaOH ч. д. а.) растворяют в мерной колбе на 1 л в дистиллированной воде (все время смешивая до полного растворения), сюда же добавляют 400 г сегнетовой соли, смешивают до растворения и добавляют воду до метки. Реактив фильтруют сквозь асбестовый фильтр (через тигель Гуча) в склянку из темного стекла.

Хранить щелочной раствор сегнетовой соли необходимо в темноте, так как на свету из-за разложения винной кислоты образуются восстанавливающие продукты. Лучше иметь свежеприготовленный реактив; 9) фелингова жидкость — смесь равных объемов сернокислой меди и сегнетовой соли (7 и 8 растворов). Готовят ее непосредственно перед использованием; 10) раствор сернокислого окисного железа. 50 г сернокислой окисной соли железа $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л дистиллированной водой, сюда же добавляют 200 г (108,7 мл) концентрированной серной кислоты (плотностью 1,84 г/см³). Раствор не должен обладать восстанавливающими свойствами, поэтому к нему по каплям добавляют раствор марганцовокислого калия до появления чуть слабо-розового оттенка. Затем объем раствора доводят водой до метки; 11) раствор марганцовокислого калия. 5 г KMnO_4 ч. д. а или х. ч. растворяют в 1 л прокипяченной горячей дистиллированной воды. Раствор фильтруют в склянку из темного стекла.

Через 4—5 дней после приготовления перманганата устанавливают его титр. Для этого целесообразно пользоваться щавелевокислым натрием, который в стеклянной бюксе предварительно высушивают в термостате при 120 °С в течение 2 ч. После остывания бюксы из него в химические стаканы или колбы, предназначенные для титрования, берут 3—4 навески щавелевокислого натрия по 0,20—0,25 г, приливают туда же по 50 мл дистиллированной воды и 1—2 мл концентрированной серной кислоты. Смесь нагревают до 70 °С и горячую жидкость титруют из бюретки 0,5 %-ным раствором KMnO_4 до слабо-розового окрашивания. Количество миллиграммов меди, соответствующее 1 мл KMnO_4 , вычисляют по формуле

$$C = \frac{B \cdot K}{M},$$

где B — навеска щавелевокислого натрия или щавелевой кислоты, мг; M — количество раствора KMnO_4 , пошедшее на титрование, мл; K — коэффициент пересчета раствора KMnO_4 на медь. Для щавелевокислого натрия $K=0,9483$, для щавелевой кислоты — 1,412.

Пр и м е р. Навеска щавелевокислого натрия 0,2264 г, пошло на титрование 0,5 %-ного раствора KMnO_4 21,1 мл. Отсюда 1 мл KMnO_4 соответствует следующее количество меди:

$$\frac{226,4 \cdot 0,9483}{21,1} = 10,175 \text{ мг.}$$

Основной 0,5 %-ный раствор KMnO_4 перед титрованием пробы разводят в 5—10 раз, чтобы 1 мл перманганата соответствовал 2—1 мг меди.

При разведении в приведенном выше примере основного раствора в 10 раз 1 мл разведенного (0,05 %) перманганата будет соответствовать 1,0175 мг меди.

1 мл 0,5 %-ного раствора KMnO_4 соответствует округленно 10 мг меди, а 1 мл 0,1 н. раствора перманганата — 6,36 мг меди.

Оборудование и посуда. Аналитические весы, аппарат для встряхивания, водяная баня, аппарат Коха или алюминиевый бидон емкостью 8—10 л с кастрюлькой, входящей внутрь бидона, центрифуга, нагревательный прибор, металлические штативы для пробирок диаметром 2 см и центрифужные пробирки, ступки, колбы с широким горлом, имеющие метку на 250 мл, колбы конические на 500 мл, пробирки диаметром 2 см и высотой 20 см с меткой 25 мл, воронки, пипетки на 1, 2, 5, 10, и 25 мл, микробюретки на 5 или 3 мл, цилиндры мерные на 10, 25, 50, 100, 500 мл, лабораторные пробирки, центрифужные пробирки, стеклянные палочки, фарфоровая чашка, фильтровальная бумага быстрой фильтрации, универсальная индикаторная бумага.

Подготовка пробы корма к анализу. Содержание сахаров в растительном материале определяют сразу после взятия пробы, так как под действием ферментов углеводы легко разрушаются. Для прекращения ферментативных процессов растительный материал необходимо фиксировать. Самый надежный метод фиксации — замораживание зеленого корма жидким азотом или твердой углекислотой и последующая его лиофилизация (высушивание холодом). Хорошие результаты дает также фиксация материала горячим 96 %-ным спиртом, хуже — фиксация паром.

Обработка паром. Берут в качестве средней пробы 100—200 г свежесобранных растений и кладут рыхлым слоем в фарфоровую чашку, которую опускают в пары стерилизатора Коха. В качестве парообразователя можно использовать алюминиевый молочный бидон на 8—10 л, на дно которого налита вода и на подставке помещена фарфоровая чашка или небольшая кастрюлька с растительным материалом. Парообразователь закрывают, и материал выдерживают там при подогревании в течение 15—20 мин. Затем чашку вынимают, корм раскладывают тонким слоем на кювету и сушат в сушильном шкафу при 50 °C (высуши-

вать можно в комнатных условиях). Высушенный корм приводят в воздушно-сухое состояние и определяют первоначальную влагу, затем измельчают и хранят в банках с притертой пробкой.

Образцы сухого корма паром не обрабатывают. При определении сахара в корнеклубнеплодах, силосе, сенаже используют свежие образцы.

Фиксация спиртом. Измельченную пробу корма (2—5 г и более) помещают во флаконы и заливают 5—7-кратным (по массе) количеством нагретого примерно до 70 °С 96 %-ного этилового спирта. Конечная концентрация спирта должна быть не ниже 70—80 %. Флаконы с пробами корма закрывают пробками и заливают парафином. Перед анализом пробу корма переносят в ступку, спирт упаривают на водяной или воздушной бане (50—70 °С), после чего образец анализируют.

Приготовление водной вытяжки. 1. 1—5 г воздушно-сухого или 5—10 г свежего влажного корма тщательно растирают в ступке с небольшим количеством битого стекла.

2. Растертую массу переносят в колбу с отметкой 250 мл и приливают туда, оmyвая ступку и воронку 120—150 мл горячей (70—80 °С) дистиллированной водой (если при анализе силоса, сенажа предполагают определять отдельно редуцирующие сахара и сахарозу, для нейтрализации кислот следует добавлять на кончике ножа окись кальция или углекислый кальций до нейтральной реакции по индикаторной бумаге).

3. Колбы ставят на 1 ч на водяную баню (температура 60—70 °С), периодически помешивая содержимое. Для приготовления водной вытяжки вместо бани можно использовать аппарат для встряхивания, куда колбы ставят на 20 мин.

4. Осветление вытяжки можно проводить двумя способами: а) к чуть теплomu содержимому колбы добавляем по каплям раствор уксуснокислого свинца, смешиваем, даем отстояться и снова добавляем его до прекращения образования осадка (чаще его приходится добавлять 1—3 мл). Вначале осадок образуется в виде хлопьев, затем появляется только муть. Прекращение выпадения осадка (взвеси) отмечается при некотором избытке свинца.

Для контроля наличия избытка свинца в пробирку вносят 5—6 капель 20 %-ного раствора сернокислого натрия и 1,5—2 мл экстракта из колбы. Помутнение смеси этих растворов (лучше смотреть на темном фоне) означает, что

белки полностью осаждены и есть избыток свинца, который будет мешать дальнейшей работе. Поэтому экстракт с сернокислым натрием выливают из пробирки в колбу, и для удаления избытка свинца пробирку промывают 2—3 раза 8—12 мл раствора Na_2SO_4 , сливая его в ту же колбу. Содержимое колбы хорошо перемешивают, дают отстояться и снова проверяют наличие избытка свинца. Если при смешивании раствора Na_2SO_4 с испытуемой жидкостью содержимое не мутнеет, значит, избыток свинца из раствора удален; б) к охлажденному содержимому колбы добавляем по 2 мл 30 %-ного раствора сернокислого цинка и 15 %-ного раствора желтой кровяной соли и оставляем на 20—30 мин при постоянном помешивании.

5. Объем жидкости в колбе (после осветления жидкости одним из способов) доводят дистиллированной водой до 250 мл, содержимое тщательно перемешивают, дают осадку отстояться и фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата; ждать, пока отфильтруется вся вытяжка, не следует, так как объем ее уже определен и взбалтыванием было достигнуто равномерное распределение сахаров во всем объеме.

В водной вытяжке можно определить только редуцирующие сахара (моносахариды).

6. Для определения общего количества сахара (моносахариды и сахароза) берут 25 мл фильтрата в большие пробирки, добавляют в него 0,6 мл раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 1 (концентрация HCl в экстракте должна быть 0,5 %-ной), закрывают пробирки маленькими стеклянными воронками и проводят 30-минутный гидролиз на кипящей водяной бане (следят за объемом). Получают гидролизат.

7. Гидролизат охлаждают и кислоту нейтрализуют сухой содой (Na_2CO_3), контролируя завершение нейтрализации с помощью универсальной индикаторной бумажки. Если в осадок выпадает хлористый свинец, то гидролизат нужно профильтровать.

Если анализ в тот же день не продолжают, то вытяжку и гидролизат можно оставить в холодильнике на ночь, прилив к ним 2—3 капли толуола.

Ход анализа. Определение общего количества сахара.

1. В центрифужные пробирки вносят по 4 мл гидролизата.

2. Добавляют туда по 4 мл жидкости Фелинга, после чего содержимое перемешивают, постукивая по кончику пробирки или вращая ее между ладонями (жидкость должна быть голубой, если цвет ее стал бурым, это означает, что

не хватило жидкости Фелинга и нужно взять меньше гидролизата).

3. Пробирки ставят на 10 мин на кипящую водяную баню; при этом выпадает красно-бурый осадок закиси меди.

4. Пробирки охлаждают в воде, после чего содержимое пробирок центрифугируют в течение 5—6 мин при 1500 об/мин.

5. Жидкость с осадка декантируют и край пробирки подсушивают фильтровальной бумагой. Необходимо следить, чтобы осадок не сливался.

6. Сразу после сливания жидкости к осадку добавляют 2 мл горячей дистиллированной воды, осадок встряхивают, постукивая пальцем по дну пробирки. Затем приливают 5—7 мл горячей воды, обмывая ею стенки пробирки, и снова центрифугируют, а затем сливают жидкость. Промывание водой производят 3—4 раза.

После каждого центрифугирования смотрят, нет ли на поверхности жидкости частиц закиси меди. Если частицы ее плавают на поверхности, то в пробирки добавляют 8—10 капель этилового спирта, жидкость встряхивают и снова центрифугируют.

7. После промывания осадка в пробирки немедленно приливают 2 мл горячей дистиллированной воды (чтобы закись меди не соприкасалась с воздухом).

8. К взмученному палочкой осадку приливают 3 мл раствора сернокислого окисного железа, продолжая помешивать палочкой до полного растворения осадка закиси меди (палочку оставляют в пробирке). Раствор в пробирке становится зеленоватым.

9. Не вынимая палочки, раствор титруют из микробюретки до бледно-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин, 0,1—0,05 %-ным раствором KMnO_4 (можно использовать 0,2 %-ный раствор). Раствор марганцовокислого калия готовят перед титрованием из 0,5 %-ного.

10. Параллельно ставят контроль. Для этого вместо испытуемого гидролизата берут 4 мл дистиллированной воды. Ход дальнейшей работы тот же, что и с гидролизатом.

11. Содержание общего количества сахаров рассчитывают по следующей формуле:

$$x = \frac{(a-b) \cdot C \cdot V \cdot 100}{K \cdot B \cdot V_1},$$

где x — содержание сахара в исследуемом корме, %; a — количество раствора KMnO_4 , пошедшее на титрование испытуемой пробы, мл; b — количество раствора KMnO_4 , израсходованное на титрование

контрольной пробы, мл; C — количество миллиграммов меди, соответствующее 1 мл KMnO_4 (1 мл 0,1 %-ного раствора KMnO_4 соответствует 2 мг меди); K — коэффициент перевода меди в сахар (1 мг сахарозы соответствует 1,90 мг меди); B — навеска корма, мг; V — общий объем водной вытяжки сахаров, мл; V_1 — объем гидролизата, взятый для анализа в центрифужную пробирку, мл; 100 — коэффициент для пересчета в проценты.

Пример. Корма взято 2,6542 г. На титрование испытуемой пробы израсходовано 4,78 мл, а контрольной — 0,18 мл 0,05 %-ного раствора перманганата калия. $C=1,0175$ мг (в нашем примере 1 мл 0,05 %-ного марганцовокислого калия соответствовал 1,0175 мг меди). Общий объем вытяжки 250 мл. Для анализа взято 4 мл гидролизата. Отсюда

$$x = \frac{(4,78 - 0,18) \cdot 1,0175 \cdot 250 \cdot 100}{1,90 \cdot 2654,2 \cdot 4} = 5,800 \%$$

При необходимости отдельного определения редуцирующих сахаров (моносахаридов) и сахарозы анализ проводят так, как описано, но для определения общего количества сахара в центрифужные пробирки берут гидролизат, а для определения редуцирующих сахаров (моносахаридов) в другие пробирки берут водную вытяжку.

Для расчета содержания редуцирующих сахаров пользуются той же формулой, но коэффициент перевода меди в глюкозу (K) будет равен 1,77 мг (а не 1,90).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМЫХ И ЛЕГКОГИДРОЛИЗУЕМЫХ УГЛЕВОДОВ В КОРМАХ ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ (ПО МЕТОДИКЕ ЦИНАО)

Принцип метода. Сахара кормов, полученные путем экстрагирования и гидролиза, под действием концентрированной серной кислоты дегидратируются и при взаимодействии с антроном образуют окрашенное соединение, оптическую плотность которого измеряют на «Спеколе» или ФЭКе.

Приборы, посуда, реактивы. Спектроколориметр «Спеккол» или ФЭК; микроразмельчитель тканей РТ-2 на 3000—5000 об/мин; водяная баня; электрическая плитка; аналитические весы; металлические штативы с гнездами для пробирок; стеклянные пробирки диаметром 2 см, высотой 20 см с притертыми пробками, химические стаканы вместимостью 250 мл с метками (на 50 и 60 мл); колбы мерные на 100 мл с притертыми пробками; цилиндры мерные на 10, 100, 1000 мл; стеклянные воронки диаметром 7 см; воронка Бюхнера; пипетки на 1, 2, 5, 10, 25 мл; водоструйный насос; дозаторы вместимостью 10 мл, погрешность дозирования не более 1 %; эксикатор; бумага фильтровальная

быстрой фильтрации ФОБ (по ГОСТ 12026—76). Антрон (по МРТУ 6-09-1570—72) ч.; тиомочевина ос. ч., серная кислота H_2SO_4 х. ч.; сернокислый цинк $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ х. ч. или уксуснокислый цинк $Zn(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$ ч. д. а.; калий железосинеродистый (желтая кровяная соль) $K_4Fe(CN)_6 \times 3H_2O$ х. ч., толуол х. ч., бензол х. ч., петролейный эфир (ТУМ ХЦ 1867—48), хлористый кальций.

Приготовление реактивов. 1. Антроновый реактив. Антрон квалификации ч. необходимо перекристаллизовать. Для этого 10 г антрона растворяют в 90 мл горячего бензола (нерастворившиеся частички (антрон плохого заводского качества) оставить на дне колбы, а раствор слить в нагретую емкость) и к полученному раствору прибавляют 30 мл холодного петролейного эфира. Выпавшие светло-желтые кристаллы отфильтровывают (отсасывают) на воронке Бюхнера и высушивают в эксикаторе над хлористым кальцием (работы проводятся в вытяжном шкафу).

Приготовление антронового реактива: в термостойкую посуду берут 300 мл дистиллированной воды и постепенно вливают в нее 760 мл концентрированной серной кислоты (при добавлении кислоты раствор смешивают). После охлаждения в полученном объеме кислоты растворяют 1 г тиомочевины, а затем 1 г антрона (если антрон плохо растворяется, то смесь нагревают на водяной бане при перемешивании до температуры 80—90 °С до тех пор, пока не получится прозрачный раствор). Раствор желто-зеленого цвета тщательно перемешивают и переливают в темную склянку. Хранят не более двух недель в холодильнике.

2. 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.

3. Осветляющие растворы: а) 300 г сернокислого или 230 г уксуснокислого цинка растворяют в мерной колбе на 1 л и доводят дистиллированной водой до метки; б) 150 г желтой кровяной соли растворяют в мерной колбе емкостью 1 л и доводят дистиллированной водой до метки.

4. Основной (запасной) раствор глюкозы: 0,3 г медицинской безводной глюкозы растворяют в мерной колбе емкостью 1 л в дистиллированной воде, предварительно прокипяченной и охлажденной. В раствор на кончике скальпеля добавляют хлорную ртуть и доводят водой до метки. Хранят в холодильнике не более месяца. При отсут-

11. Шкала стандартов

Объем основного раствора глюкозы, мл	5	10	15	20	25
---	---	----	----	----	----

Содержание глюкозы, мг в 2 мл стандартного раствора 0,03 0,06 0,09 0,12 0,15

вин хлорной ртути добавляют несколько капель толуола и хранят не более недели.

Приготовление шкалы стандартных (образцовых) растворов. Шкалу готовят в мерных колбах на 100 мл. Отбирают в них количество запасного раствора, указанного в табл. 11, и доводят водой до метки, тщательно перемешивают.

Проведение анализа. 1. *Получение экстрактов растворимых углеводов и гидролизатов легкоферментируемых углеводов.*

1. Навеску воздушно-сухого размолотого корма массой 0,5 г помещают в стакан на 250 мл (с метками 50 и 60 мл) и наливают 60 мл предварительно нагретой до 50—60 °С дистиллированной воды.

2. Стакан помещают в микроразмельчитель и гомогенизируют корм в течение 2—3 мин со скоростью 5000 об/мин.

3. Мешалку обмывают дистиллированной водой в стакан с содержимым и затем раствор фильтруют через воронку с мягким бумажным фильтром в мерную колбу емкостью 100 мл. Осадок переносят на фильтр, стакан ополаскивают водой и сливают на фильтр.

4. Осадок на фильтре промывают водой 2—3 раза так, чтобы объем в колбе не был доведен до метки. После охлаждения раствора объем доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Получают исходный неосветленный экстракт углеводов.

5. Осадок с фильтра тщательно смывают 50-ю мл горячего 1 %-ного раствора серной кислоты из промывалки в тот же стакан, в котором проводили гомогенизацию.

6. Содержимое стакана кипятят на плитке в течение 5 мин при периодическом перемешивании стеклянной палочкой.

7. В горячем состоянии содержимое стакана фильтруют в мерную колбу на 100 мл, стакан ополаскивают водой и сливают на фильтр. Осадок на фильтре промывают дистиллированной водой и после охлаждения фильтрата объем в колбе доводят до метки и перемешивают. Получают неосвет-

ленный гидролизат, в котором определяют легкоферментируемые углеводы.

Экстракт и гидролизат можно хранить в холодильнике не более суток.

II. Осветление растворов.

1. В мерные колбы на 100 мл отбирают: из экстрактов концентратов сочных и грубых кормов по 10 мл, экстракта свеклы по 1 мл; из гидролизатов — сочных и грубых кормов по 10 мл и для концентратов от 1 до 5 мл.

2. В эти же колбы добавляют по 2 мл 30 %-ного раствора сернистого цинка и 15 %-ного раствора желтой кровяной соли. Растворы с выпавшим аморфным осадком доводят до метки водой.

При анализе кормов, содержащих небольшое количество углеводов (силос), осветление проводят непосредственно после гомогенизации в мерных колбах с исходными экстрактами и гидролизатами, не доводя предварительно растворы до метки.

3. Содержимое колб тщательно перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Осветленные растворы хранят в холодильнике не более суток.

III. Проведение цветной реакции и измерение оптической плотности окрашенного соединения.

1. В пробирки с притертыми пробками дозатором или пипеткой с резиновым баллончиком вливают 10 мл антронового реактива.

2. В одну серию этих пробирок вносят по 2 мл осветленных растворов из экстракта, в другую — гидролизата, а в третью — по 2 мл стандартных (образцовых) растворов шкалы, вливая осторожно по стенкам.

3. Пробирки закрывают и тщательно перемешивают содержимое, энергично встряхивая. Если после встряхивания в пробирке получается мутный раствор, то следует увеличить количество антронового реактива, добавленного во все анализируемые растворы и растворы шкалы, но не более чем до 15 мл.

4. 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 появляется голубовато-зеленое прозрачное окрашивание.

5. Пробирки охлаждают проточной водопроводной водой и через 30 мин (для достижения комнатной температуры) проводят измерения оптической плотности анализируе-

мых и стандартных растворов на «Спеколе» при 625 нм, используя кювету с толщиной просвечиваемого слоя 20 мм или на ФЭКе при красном светофильтре в такой же кювете — 20 мм. Окраска измеряемых растворов устойчива в течение дня.

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

Содержание сахаров определяют по градуировочному графику, построенному по результатам измерения оптической плотности стандартных растворов. При работе следует учитывать, что наиболее точные результаты измерения оптической плотности можно получить в пределах 0,15—0,6. Если получают высокую оптическую плотность, то следует провести разведение растворов, взятых для цветной реакции. Если оптическая плотность очень мала, то следует увеличить аликвоту, взятую для осветления.

Каждая серия определений обязательно должна сопровождаться анализом стандартных (образцовых) растворов.

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

$$x = \frac{P \cdot A \cdot B \cdot 100}{H \cdot a \cdot b},$$

где x — содержание сахара, %; P — количество сахара, найденного по градуированному графику, мг/2 мл; A — объем исходного неосветленного экстракта (гидролизата), мл; B — объем осветленного экстракта (гидролизата), мл; a — количество исходного экстракта (гидролизата), взятого на осветление, мл; b — количество осветленного экстракта (гидролизата), взятого на цветную реакцию, мл; H — 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 B и a отсутствуют.

Для перевода сахаров гидролизатов в крахмал содержание сахара следует умножить на коэффициент 0,9 (отношение наименьшей молекулярной массы крахмала 162,1 к молекулярной массе глюкозы 180,1).

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕЗАЗОТИСТЫХ ЭКСТРАКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

Содержание безазотистых экстрактивных веществ (БЭВ) в зоотехническом анализе определяют путем вычитания из 100 содержания воды, золы, сырого протеина, сырой клетчатки и сырого жира (в процентах). Разница и покажет содержание в корме безазотистых экстрактивных веществ (табл. 12). В группу БЭВ входят сахара, декстрины, камеди, крахмал, гемицеллюлоза, инулин, некоторые органические кислоты и др.

12. Форма записи и расчет содержания безазотистых экстрактивных веществ

Показатели	Содержится, %	
	в воздушно-сухом веществе	в корме натуральной влажности *
Вода первоначальная	—	13,50
Вода гигроскопическая	5,80	5,02
Общее количество воды	—	18,52
Сырая зола	8,09	7,00
Сырой протеин	14,57	12,60
Сырой жир	3,12	2,70
Сырая клетчатка	28,21	24,40
Итого (а)	59,79	65,22
Безазотистые экстрактивные вещества (100-а)	40,21	34,78

* Пересчет данных анализа на корм натуральной влажности показан на странице 122.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ В КОРМАХ СЫРОЙ ЗОЛЫ И МИНЕРАЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

СУХОЕ ОЗОЛЕНИЕ КОРМА

Сырой золой называется остаток, получаемый при сжигании навесок корма в муфельных печах. Быстрому и полному озолению способствуют разрыхление корма и свободный доступ в него воздуха. При сжигании корма углерод, водород и частично кислород улетучиваются в виде CO_2 и паров воды, а зольные элементы (макро- и микроэлементы) оста-

ются в виде окислов. В сырой золе, кроме минеральных веществ корма, может содержаться некоторое количество примесей — глины, песка, несгоревших частиц угля.

Начинают озоление медленно при относительно невысокой температуре, чтобы исключить возможное разбрасывание мелких частиц корма. Это способствует более полному сгоранию органического вещества. В противном случае легкоплавкие соли обволакивают неозоленное вещество и препятствуют его полному сгоранию. В первый период нагревания происходит сухая перегонка корма, в результате чего стенки тигля покрываются темным смолистым налетом.

Чтобы избежать улетучивания фосфора, серы и хлористых соединений щелочных металлов, озоление следует заканчивать при температуре не более 450—500 °С (начало темно-красного каления). Для предотвращения потерь фосфора образцы кормов, богатых белком или крахмалом (зерно, комбикорма, картофель и др.), целесообразно смешивать в тигле с 1 г растертого нитрата аммония.

Приборы, реактивы и оборудование. Аналитические весы (погрешность взвешивания не более 0,0002 г), муфельная печь, фарфоровые тигли № 3—4—5 (ГОСТ 9147—59), эксикатор (ГОСТ 6371—73), тигельные щипцы, азотная кислота х. ч. или ч. д. а.; азотнокислый аммоний; перекись водорода, 30 %-ный водный раствор (ГОСТ 10929—64).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОЙ ЗОЛЫ

Ход определения. 1. Фарфоровые тигли прокаливают в течение 30 мин — 1 ч в муфеле при температуре темно-красного каления.

2. Тигли из муфеля тигельными щипцами переносят в эксикатор и охлаждают 1—1½ ч.

3. Взвесив на аналитических весах пустой тигель, записывают его массу, затем насыпают в тигель 2—5 г исследуемого корма (примерно до половины тигля) и взвешивают тигель с кормом. По разности показателей определяют количество анализируемого корма.

4. Помещают тигли с кормом в холодную муфельную печь, включают ее на слабый нагрев (дверку муфеля открывают для большего доступа воздуха). Через 50—60 мин после того, как корм в тигле перестал дымить, нагрев муфеля увеличивают до 450—500 °С (передвигают рычаг реостата). Тигли в муфеле при темно-красном калении

оставляют на 2—3 ч до получения золы светло-серого цвета.

Закончив прокаливание, тигли с золой охлаждают в выключенной муфельной печи, а затем переносят в эксикатор и взвешивают.

5. Если в золе остаются несгоревшие обуглившиеся частицы, тигли охлаждают и добавляют в них несколько капель горячей дистиллированной воды, а затем снова осторожно прокаливают в муфельной печи. —

К остатку в тигле можно добавить в качестве окислителя 1—2 мл 3 %-ного раствора перекиси водорода или несколько капель концентрированной азотной кислоты (или столько же 10 %-ного раствора азотнокислого аммония).

6. Для выпаривания окислителя тигли ставят на плитку с асбестовой сеткой или в слабонагретый муфель (80—100 °C).

7. После удаления окислителя тигли с электроплитки снова переносят в муфель и усиливают его нагрев до 450—500 °C (темно-красное каление). При этой температуре тигли должны простоять в муфеле 30—60 мин. После такой обработки остатки угля обычно быстро сгорают.

8. Если корм озолился не полностью (в тигле остались черные неозоленные частицы угля), то в охлажденный тигель снова добавляют дистиллированную воду или окислитель и содержимое вновь выпаривают и прокаливают (обрабатывают 1—2 раза).

9. После получения золы тигель ставят в эксикатор, охлаждают и затем взвешивают.

10. Прокаливание в муфеле повторяют в течение 1—1½ ч, содержимое тигля охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

Повторные прокаливания необходимы для полного сжигания вещества. Эту операцию продолжают до тех пор, пока масса тигля с золой не станет постоянной. Для полного озоления пробы корма достаточно обычно 5—6 ч. Данные анализа записывают по следующей форме (табл. 13).

Расчет результатов. Содержание сырой золы в воздушно-сухом вещества корма устанавливают по формуле

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

где x — содержание золы, %; a — масса тигля с сырой золой, г; B — масса пустого тигля, г; H — навеска корма, г; 100 — коэффициент пересчета в проценты.

13. Форма записи результатов определения сырой золы

Показатели	Определение	
	первое	второе
Масса тигля с образцом корма, г		
Масса пустого тигля, г		
Навеска корма, г		
Масса тигля после прокаливании, г:		
первое взвешивание		
второе »		
третье »		
Масса золы, г		
Содержание золы в воздушно-сухом веществе, %		
Среднее содержание золы, %		
Содержание в первоначальном веществе, %		
Содержание золы в абсолютно сухом веществе, %		
Содержание органического вещества, %		

Расхождения между отдельными определениями считаются допустимыми, если они не превышают 2 % среднего показателя.

Приготовление раствора золы

Приборы, материалы и основные реактивы. Мерные колбы на 100, 250 мл, бюретки вместимостью 25—50 мл (ГОСТ 20292—74), пипетки на 1, 2, 5, 10, 25 мл, воронки стеклянные (ГОСТ 9147—59); соляная и азотная кислоты концентрированные и разведенные, серная кислота разведенная.

Ход работы. Полученную после сжигания золу растворяют в разведенной соляной кислоте (1 : 3). Для этого в тигель с золой добавляют 3—5 капель дистиллированной воды и осторожно приливают 10 мл разведенной соляной кислоты (при сжигании 1—2 г корма достаточно 5 мл кислоты). Содержимое тигля перемешивают стеклянной палочкой (при необходимости его нагревают до кипения), в результате чего зола растворяется (образуются хлористые соли). Иногда для лучшей растворимости золы в тигель добавляют несколько капель азотной кислоты. Используя воронку, раствор без фильтрования (или через фильтр, смоченный соляной кислотой) переливают в мерную колбу на 100 мл.

Тигель с остатками золы повторно обрабатывают 5—

10 мл соляной кислоты (1 : 3; при необходимости его подогревают) и содержимое снова переливают в колбу.

Затем в тигель наливают дистиллированную воду и, обмыв ею стенки, переносят раствор в колбу. Довольно часто на дне тигля остается нерастворенный осадок — это песок. Тигель обмывают дистиллированной водой несколько раз, объем раствора золы в колбе доводят до метки и тщательно перемешивают. Получают основной раствор золы, который можно использовать для определения кальция, фосфора, магния, калия, натрия и некоторых микроэлементов.

Примечание. При определении калия и микроэлементов, особенно в тканях животных, целесообразно использовать сульфатную золу. При этом во время озоления глазурь тигля не разрушается, а зола сплавляется в меньшей степени.

В тигель к корму добавляют разведенную (1 : 5) серную кислоту (1 мл в расчете на 1 г корма), содержимое перемешивают стеклянной палочкой, которую затем обмывают небольшим количеством воды. Тигель с кормом нагревают на плитке с асбестовой сеткой (или на воздушной бане), после того как содержимое высохнет и обуглится, озоление продолжают в муфеле. Зола затем пропитывают пятью каплями серной (или азотной) кислоты, 1 мл соляной и 2 мл дистиллированной воды и осторожно выпаривают досуха. Далее золу растворяют в разведенной соляной кислоте. Трудно растворимые в соляной кислоте темно-бурые окислы железа и почти нерастворимые в ней металлическая медь и некоторые другие элементы переходят при этом в раствор. Металлическая медь может образоваться и при сухом методе озоления (при температуре выше 500 °C).

МОКРОЕ ОЗОЛЕНИЕ КОРМОВ

В основе этого метода лежит непрерывное воздействие на корм сильной окислительной смесью, под действием которой органическое вещество разрушается без образования угля, так как углерод целиком окисляется в CO_2 .

При мокром озолении исключаются потери фосфора, калия и других элементов, так как температура содержимого в колбе обычно не превышает 338 °C. Озоление ведут в вытяжном шкафу в колбах или пробирках из тугоплавного стекла. Для озоления применяют несколько рецептов окисляющих смесей, в частности смесь концентрированных

кислот серной и азотной (1 : 1), азотной и серной (10—20 : 1), серной и хлорной (4 : 1) или концентрированной серной кислотой в присутствии катализаторов (селен металлический, пергидроль, смесь сульфатов калия и меди и др.).

ПОЛУЧЕНИЕ МИНЕРАЛИЗАТОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЗОТА, ФОСФОРА, КАЛИЯ И КАЛЬЦИЯ ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ КОРМА

Для подготовки пробы корма к анализу можно использовать метод мокрого озоления, при котором корм обрабатывают смесью концентрированной серной кислоты, содержащей селен, и 30 %-ным раствором пергидроля (H_2O_2).

Реактивы, посуда, оборудование. Концентрированная серная кислота (ГОСТ 4204—77, х. ч.); селен (ТУСЗ 11—65, ч.); серная кислота, в 1 л которой содержится 5 г селена (аморфный селен растворяют при нагревании в колбе Кьельдаля в концентрированной серной кислоте. Раствор должен быть бесцветным и прозрачным); 30 %-ный водный раствор перекиси водорода (ГОСТ 10929—64); колбы Кьельдаля вместимостью 500 мл; мерные пробирки на 100 мл из термостойкого стекла с пробками или мерные колбы из термостойкого стекла на 100 мл (или колбы Кьельдаля вместимостью 100—250 мл); дозаторы на 3, 5 и 15 мл с погрешностью дозирования не более 1 %; поршневая пипетка или пипетка с грушей на 2 мл с погрешностью дозирования не более 1 %; мерные цилиндры на 10 мл; воронки или стеклянные пробки; мерные колбы на 100 и 250 мл; аналитические или торзионные весы (погрешность взвешивания не более 0,5 мг); технические весы, нагревательные блоки для пробирок или электроплитка с нагревом до температуры 400 °C; установка для озоления корма в вытяжном шкафу.

Ход озоления корма серной кислотой с селеном и пергидролем (по прописи ЦИНАО). 1. На аналитических или торзионных весах взвешивают около 0,2 г воздушно-сухого корма, измельченного и просеянного через сито с отверстиями 1 мм, и переносят его в мерные пробирки из термостойкого стекла или колбы Кьельдаля.

2. Пробы корма заливают 2 мл 30 %-ного раствора пергидроля.

3. Через $1\frac{1}{2}$ —2 мин в пробирку (колбу) приливают 3 мл концентрированной серной кислоты, содержащей селен, и содержимое слегка встряхивают.

4. Пробирки помещают в холодные нагревательные

блоки с автоматической регулировкой температуры (или в песочные бани и др.) и в течение 30 мин — 1 ч повышают температуру до 380 °С.

5. Озоление продолжают до полного обесцвечивания раствора. Для озоления требуется 1½ — 2 ч.

6. После осветления раствор охлаждают, доводят дистиллированной водой до 100 мл и перемешивают. Используют его в качестве исходного раствора для определения азота, фосфора, калия и кальция.

7. Одновременно проводят все стадии «холостого» анализа (без анализируемого образца материала). Исходные растворы можно также использовать для определения азота, фосфора, калия и кальция с помощью автоанализаторов проточного типа.

Примечания: 1. Для проверки воды и реактивов на содержание азота, фосфора и других элементов обязательно прибегают к контрольным сжиганиям без корма (холостая проба).

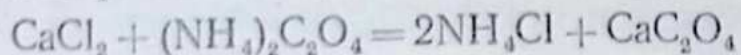
2. При массе образца корма около 1 г для озоления используют 10 мл серной кислоты, соответствующие окислители добавляют порциями. Объем минерализата доводят до 100 мл, затем разводят водой в 5 раз (10 мл до 50 мл) и используют для определения азота, фосфора, кальция, калия. Общий объем раствора золы составит 500 мл. В 1 мл его будет содержаться 0,03 мл серной кислоты (примерно 1 н. концентрации серной кислоты).

3. При колориметрическом определении фосфора в виде фосфорно-молибденовой гетерополикислоты добавление к раствору восстановителей (амидола, аскорбиновой кислоты, гидрохинона и сульфита натрия, эйконогена и др.) дает комплексное соединение синего цвета. На интенсивность окраски этого соединения влияет кислотность раствора. В этом случае часть (5—10 мл) исходных растворов, полученных в процессе мокрого озоления с серной кислотой, надо дополнительно разводить дистиллированной водой в 4—5 раз. Можно также серную кислоту нейтрализовать NaOH. Для этого часть исходного раствора (10—25 мл) нейтрализуют 20 %-ным раствором NaOH в присутствии фенолфталеина. Если при этом выпадает осадок, то его растворяют несколькими каплями 5 %-ной соляной кислоты. Объем жидкости в колбе № 2 доводят до метки и перемешивают.

При расчетах содержания фосфора учитывают общий объем раствора золы корма.

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ.
ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ В КОРМАХ
ОКСАЛАТНЫМ МЕТОДОМ
[ЦЕНТРИФУЖНЫЙ МИКРОМЕТОД]

Сущность метода заключается в выделении кальция из приготовленного заранее раствора золы в виде щавелево-кислой соли (CaC_2O_4), которая в слабокислой среде (рН 4—5) нерастворима. Осаждение идет по уравнению



Осаждают щавелевокислый кальций в горячем уксуснокислом растворе (рН 4—5). Уксусная кислота предотвращает выпадение солей щавелевокислого магния.

Соль щавелевокислого кальция после промывания водой растворяют в 5—10 %-ной серной кислоте и переводят в сернокислый кальций по уравнению



При этом освобождается эквивалентное кальцию количество щавелевой кислоты, которую титруют стандартным раствором марганцовокислого калия (KMnO_4). При расчетах исходят из того, что 1 мл 0,01 н. раствора KMnO_4 соответствует 0,0002 г кальция.

Реактивы и посуда. 10 %-ный раствор соляной кислоты (или разведенной в соотношении 1 : 3); концентрированная азотная кислота, 5 %- или 10 %-ный раствор серной кислоты; 4 %-ный раствор щавелевокислого аммония; 0,01 н. раствор марганцовокислого калия; 25 %- , 10 %- и 2 %-ный водные растворы аммиака; 80 %- и 10 %-ный растворы уксусной кислоты; 0,1 %-ный водный раствор метилоранжа, дистиллированная вода, центрифужные пробирки, мерные пипетки разной вместимости, бюретки на 25 и 50 мл, капельницы, промывалки, водяная баня, центрифуга.

Ход определения. 1. В центрифужные пробирки наливают 3—5 мл раствора золы.

2. В контрольные пробирки вместо раствора золы наливают по 3—5 мл дистиллированной воды.

3. В пробирки с испытуемым и контрольным растворами добавляют по 2—3 капли индикатора метилоранжа.

4. Для нейтрализации добавляют несколько капель 10 %-ного водного раствора аммиака до перехода окраски раствора из красной в желтую.

5. Для создания слабокислой реакции (раствор должен

быть красно-оранжевого цвета) добавляют несколько капель 10 %-ной уксусной кислоты.

6. Пробирки ставят на 2—3 мин на кипящую водяную баню.

7. Прибавляют 2—3 мл щавелевокислого аммония (насыщенный горячий раствор).

8. Пробирки снова ставят на кипящую водяную баню на 30—40 мин (можно оставить их на ночь без подогрева), щавелевокислый кальций оседает при этом на дно.

9. Пробирки центрифугируют в течение 15—20 мин при 2500 об/мин.

10. Затем их вынимают, раствор осторожно декантируют, следя за тем, чтобы осадок щавелевокислого кальция не был удален вместе с раствором.

11. В пробирки приливают по 4 мл 2 %-ного раствора аммиака и снова центрифугируют их 15—20 мин. После этого осадок вновь промывают раствором аммиака и центрифугируют.

12. В пробирки приливают 2—3 мл горячей 5 %- или 10 %-ной серной кислоты (можно азотной), содержимое перемешивают стеклянной палочкой. При этом щавелевокислый кальций переходит в сернокислый.

13. Пробирки ставят на кипящую водяную баню.

14. Форма записи результатов анализа кормов на кальций оксалатным методом

Показатели	Определение	
	первое	второе

Тигель №

Масса тигля с образцом корма, г

Масса пустого тигля, г

Масса корма, г

Объем раствора золь, мл

Для анализа взято раствора золь, мл

Израсходовано KMnO_4 при титровании испытуемой пробы, мл

Израсходовано KMnO_4 при титровании контрольной пробы, мл

Содержание кальция в воздушно-сухом веществе, %

Содержание кальция в первоначальном веществе, %

Содержание кальция в абсолютно сухом корме, %

14. Содержимое пробирок титруют при температуре 70—80 °С санинормальным раствором марганцовокислого калия до бледно-розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с — 1 мин. Можно использовать 0,02 или 0,03 н. раствор KMnO_4 . Количество KMnO_4 , израсходованное на титрование испытуемой и контрольной проб, и все другие данные анализа записывают по следующей форме (табл. 14).

15. Вычисляют содержание кальция по формуле

$$x = \frac{(c - c_1) \cdot K \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot a},$$

где x — содержание кальция, %; c — количество 0,01 н. марганцовокислого калия, израсходованного на титрование испытуемого раствора, мл; c_1 — количество марганцовокислого калия, израсходованного на титрование контрольной пробы, мл; K — коэффициент пересчета (1 мл 0,01 н. KMnO_4 соответствует 0,0002 г кальция); V — общий объем раствора, полученный при растворении зо-
лы, мл; V_1 — объем раствора зо-
лы, взятой для осаждения кальция, мл; a — навеска корма, г; 100 — коэффициент для пересчета в проценты.

КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ С ТРИЛОНОМ Б МЕТОДОМ ОБРАТНОГО ТИТРОВАНИЯ (МОДИФИКАЦИЯ А. Ф. АРСЕНЬЕВА)

Комплексометрическое определение кальция и магния основано на способности трилона Б образовывать с ионами металлов прочные внутрикомплексные соединения (требуется определенный уровень pH). Грамм-ион комплексона всегда связывается с грамм-ионом металла (независимо от валентности последнего). При этом освобождаются 2 грамм-иона водорода.

Поскольку комплексные соединения кальция и магния с трилоном Б бесцветны и хорошо растворимы в воде, эквивалентную точку устанавливают по изменению окраски особых металл-индикаторов (pM-индикатор). Для определения суммы $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ и одного магния наиболее употребителен индикатор хромоген черный (или смесь хромогена черного с метилротом), а для определения кальция — мурексид (лучше применять смесь мурексида с нафтолом зеленым или метиленовым синим).

Металл-индикатор образует с катионами металлов интенсивно окрашенное комплексное соединение, менее прочное, чем соединение этого катиона с трилоном Б. При методе обратного титрования вводится избыток трилона Б. Поэтому окрашенное комплексное соединение катионов металлов

с металлными индикаторами образуется только после того, как весь трилон Б будет оттитрован. В момент достижения эквивалентной точки окраска раствора изменится. Она обусловлена окраской свободного индикатора. Трилонаты кальция и магния образуются лишь в щелочной среде. Поэтому определяют их в присутствии щелочного буфера. Гидроксильные ионы буфера обеспечивают определенную величину рН титруемого раствора и нейтрализуют ионы водорода, освобождающиеся при взаимодействии кальция и магния с трилоном Б.

Комплексометрическому определению кальция и магния мешает содержание в растворе ионов меди, марганца, железа и алюминия. Влияние фосфатов устраняют обратным титрованием. При использовании этого метода сначала определяют содержание кальция и магния, затем — содержание кальция. Магний определяют по разности. Прямое определение магния возможно лишь после выделения из раствора кальция.

Основные реактивы и посуда. 1 %-ный водный раствор сульфида натрия ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) (хранить его можно не более пяти дней; вместо сульфида натрия можно применять 0,1 %-ный раствор диэтилдитиокарбамата натрия); 5 %-ный водный раствор солянокислого гидроксиламина; 0,1 и 0,01 н. растворы трилона Б; дистиллированная вода, проверенная на содержание кальция и магния; химические стаканы вместимостью 150—200 мл (целесообразно нанести метки на 50, 70 и 100 мл); бюретки; микробюретка на 5 мл; пипетки разной вместимости.

Реактивы на кальций: индикатор — смесь мурексида с нафтолом зеленым (0,25 г мурексида и 0,85 г нафтола зеленого растирают до состояния пудры со 100 г хлористого натрия), индикатор мурексид (0,2 г мурексида растирают со 100 г хлористого натрия), смешанный индикатор (25 мл 0,02 %-ного раствора метилроута в 60 %-ном спирте смешивают с 3 мл 0,1 %-ного водного раствора метиленового синего), 1 н. раствор едкого натра, 0,01 и 0,1 н. растворы хлористого или азотнокислого кальция.

Для приготовления 0,01 н. раствора хлористого кальция 0,5 г CaCO_3 (х. ч. или ч. д. а.) высушивают в течение 1 ч при 110°C , помещают в высокий химический стакан вместимостью 100—150 мл и наливают в него около 5 мл воды и 11 мл 1 н. раствора HCl (по каплям). По окончании реакции содержимое стакана нагревают до кипения и переливают в мерную колбу вместимостью 1 л. После охлаждения раствор разбавляют дистиллированной водой, доводя его до метки. Можно приготовить приблизительно 0,1 н. раствор

азотнокислого кальция — $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (ч. д. а.) и установить его точную концентрацию обратным комплексометрическим титрованием, пользуясь 0,1 н. раствором трилона. На основании расчета раствор этот доводят до 0,01 н. концентрации.

Реактивы на магний и общее содержание кальция и магния. 0,1 н. или 0,01 н. растворы сернокислого магния (1,235 г сернокислого магния растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л, доводя дистиллированной водой объем раствора до метки. Можно использовать 0,1 н. или 0,01 н. растворы фиксаналя этой соли), хлоридно-аммиачный буферный раствор (20 г NH_4Cl растворяют в 100 мл дистиллированной воды, приливают 100 мл 25 %-ного раствора NH_4OH , разбавляют дистиллированной водой до 1 л и тщательно перемешивают. Хранят в склянках с притертой пробкой); хромоген черный ET-00 (индикатор) сухой или в виде раствора.

Для приготовления сухой смеси индикатора к 100 г соли NaCl , KCl или K_2SO_4 , тщательно растертой в ступке, прибавляют небольшими порциями при постоянном и тщательном помешивании 1 г хромогена черного ET-00. Сухой индикатор хранят в темной банке с притертой пробкой.

Раствор индикатора: 0,5 г хромогена черного растворяют в 10 мл хлоридно-аммиачного буфера и доводят этиловым спиртом объем содержимого до 100 мл. Раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой.

Ход определения кальция. 1. 5—10 мл раствора золы (в зависимости от содержания кальция) пипеткой наливают в стакан для титрования, добавляя туда при необходимости 2—3 капли раствора сульфида натрия (в корме много меди).

2. В стакан добавляют 10—25 мл (точно) 0,01 н. раствора трилона Б, а затем 10—15 мл дистиллированной воды и 2—3 капли смешанного индикатора.

3. Содержимое стакана нейтрализуют 1 н. раствором едкой щелочи до изменения красно-фиолетовой окраски содержимого в зеленую.

4. Приливают в стакан 5—7 или 10 мл 1 н. раствора едкой щелочи (10 % к объему жидкости, чтобы щелочь в исследуемом растворе была в 0,1 н. концентрации).

5. Вносят в содержимое 1 мл 5 %-ного раствора гидроксиламина и доводят объем раствора в стакане дистиллированной водой до метки 50, 70 или 100 мл.

6. Перед титрованием к содержимому прибавляют индикатор — около 0,12 г сухой смеси мурексида с нафтолом

15. Форма для записи результатов определения кальция методом обратного комплексометрического титрования

Показатели	Определение	
	первое	второе

Номер колбы и стакана
 Масса пустого тигля, г
 Масса тигля с кормом, г
 Количество корма (навеска), г
 Общий объем основного раствора золы, мл
 Объем раствора золы, взятый для анализа, мл
 Объем 0,01 н. раствора трилона Б, взятый для определения кальция
 Объем 0,01 н. раствора соли Са, пошедший на титрование свободного трилона (не связанного с Са корма)
 Содержание Са в воздушно-сухом веществе корма, мг/г или г/кг
 Содержание Са в первоначальном корме
 Содержание Са в абсолютно сухом веществе корма

зеленым или 0,12 г смеси мурексиды с хлористым натрием и 16 капель смешанного индикатора.

7. Избыток трилона Б оттитровывают 0,01 н. раствором хлористого кальция до перехода сине-голубой окраски раствора в фиолетово-розовую (сиреневатую). Титровать необходимо перед окном, просматривая окраску в проходящем свете. Яркого солнечного света, искажающего окраску, надо избегать.

8. Одновременно ставят контроль с раствором трилона Б (без раствора золы) для проверки его по 0,01 н. раствору хлористого или азотнокислого кальция.

Если, например, на титрование 10 мл 0,01 н. раствора трилона Б израсходовано 10,2 мл 0,01 н. раствора хлористого или азотнокислого кальция, то считают, что на определение взято 10,2 мл раствора трилона Б (20 мл 0,01 н. трилона Б соответствует 20,4 мл 0,01 н. раствора кальция).

9. Данные анализа записывают в форму (табл. 15).

10. Содержание кальция в корме рассчитывают по формуле

$$x = \frac{(A - B) \cdot 0,2 \cdot V}{V_1 \cdot H},$$

где x — содержание кальция в корме, мг/г или г/кг; A — объем 0,01 н. раствора трилона Б, взятый для определения кальция, мл; B — объем 0,01 н. раствора соли кальция, израсходованной на титрование свободного трилона Б (не связанного с кальцием корма), мл; 0,2 — количество кальция, мг, соответствующее 1 мл 0,01 н. раствора трилона Б, связанного с кальцием корма; V — общий объем раствора золы, мл; V_1 — объем раствора золы, взятой для анализа, мл; H — масса корма, г.

Примечания: 1. При определении кальция в минеральных подкормках и комбикормах для птицы (навеска 5—10 г, $V=100$ мл) применяют 0,1 н. растворы соли кальция и трилона Б. Рекомендуется также разводить раствор золы в 5—20 раз.

2. При определении кальция в кормах, богатых фосфором, титровать надо медленно.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММЫ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ И РАСЧЕТ СОДЕРЖАНИЯ МАГНИЯ

Ход определения. 1. В химический стакан вместимостью 150—200 мл (с меткой на 70—100 мл) пипеткой вливают 5 мл раствора золы, добавляют туда 10 мл дистиллированной воды, 10—25 мл (точно) 0,01 н. раствора трилона Б, 3—5 капель метилроta и нейтрализуют (по каплям) раствором аммиака (1 : 1) до появления желтой окраски.

2. Из бюретки приливают к содержимому стакана 15 мл аммиачного буфера (20 % к общему объему), затем добавляют 1 мл 5 %-ного раствора гидроксиламина и доводят объем дистиллированной водой до метки 70 мл.

3. После этого добавляют 10—12 капель 0,02 %-ного раствора метилового красного, а перед титрованием 5 капель хромогена черного (металлиндикатор). При этом окраска раствора становится зеленой. Если она оказывается красной, то это свидетельствует о недостатке трилона Б. Тогда добавляют еще 5 или 10 мл этого раствора.

4. Избыток трилона оттитровывают 0,01 н. раствором сернистого магния до перехода окраски из зеленой в красно-фиолетовую (сиреневатую). Перед концом титрования раствора, когда появляется переходная серо-зеленая окраска, добавляют еще 2—3 капли хромогена черного. Обычно результаты параллельных титрований не выходят из пределов 0,05—0,1 мл.

5. Одновременно с этим проводят титрование одного трилона Б с добавлением всех необходимых реактивов и

индикаторов. Вместо исследуемого раствора берут дистиллированную воду.

6. Из результатов титрования одного трилона вычитают результаты титрования исследуемого раствора. По разнице определяют количество трилона Б, связанное с кальцием и магнием (1 мл 0,01 н. раствора соответствует 0,1 миллиэквивалента этих катионов).

Расчет содержания магния. Содержание магния рассчитывают по следующей формуле:

$$x = \frac{(A - B - K) \cdot 0,1216 \cdot V}{V_1 \cdot H},$$

где x — содержание магния в корме, мг/г или г/кг; A — объем раствора трилона Б, взятый для определения суммы кальция и магния, мл; B — объем 0,01 н. раствора сернистой кислоты, израсходованного на титрование избытка трилона Б, мл; K — объем 0,01 н. раствора трилона Б, связанный с кальцием (данные берут из анализа кальция в таком же объеме раствора зола); 0,1216 — количество магния, соответствующее 1 мл связанного с ним 0,01 н. трилона Б, мг; V — общий объем раствора зола, мл; V_1 — объем раствора зола, взятый для определения суммы кальция и магния, мл; H — масса корма, г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ С ФЛУОРЕКСОНОМ (по прописи ЦИНАО)

Определение кальция основано на образовании в щелочной среде комплексного соединения элемента с трилоном Б. Конечную точку титрования устанавливают по изменению окраски металиндикатора флуорексона (кальцеина).

Реактивы, посуда. 20 %-ный раствор HCl (1 : 1); 20 %-ный водный раствор KOH; основной 0,1 н. раствор трилона Б; рабочий 0,01 н. (или 0,02 н.) раствор трилона Б; индикатор флуорексон (кальцеин). Для приготовления сухой смеси берут 10 г хлористого калия и 0,1 г флуорексона; смесь тщательно растирают в ступке и хранят в темном сухом месте в баночке с притертой пробкой; натрий лимоннокислый — до ГОСТ 5-1314—72, ч; 5 %-ный раствор гидроксиламина солянокислого; вода дистиллированная; мерные цилиндры вместимостью 100 мл — по ГОСТ 1770—74; конические колбы с широким горлом вместимостью 250 мл — по ГОСТ 10394—74; мерные пипетки на 5 или 10 мл — по ГОСТ 202-92—74 или шприцы-дозаторы; бюретка с краном вместимостью 10 мл с делениями 0,05 или 0,01 мл или микробюретка на 5 мл — по ГОСТ 202-92—74.

Ход определения. 1. В широкогорлые колбы на 250 мл или химические стаканы вносят пипеткой или шприцем-дозатором 5—10 мл раствора золы и доводят объем в колбе дистиллированной водой до 75—100 мл.

2. К испытуемому раствору добавляют необходимые реагенты: а) лимоннокислый натрий (на кончике ножа); б) гидроксилламин (сухую соль на кончике ножа или 1 мл 5 %-ного водного раствора); в) 10 мл 20 %-ного раствора КОН (рН исследуемого раствора должен быть равен 13,5). После добавления каждого реагента растворы перемешивают.

3. В колбу с раствором золы перед титрованием прибавляют несколько кристалликов сухой смеси индикатора флуорексона, перемешивают содержимое; появляется желто-зеленая окраска (флуоресценция).

4. Содержимое колбы титруют 0,02 н. (или 0,01 н.) раствором трилона Б до перехода желто-зеленой окраски в розовую.

Титрование раствором трилона Б проводят в присутствии «свидетеля». В качестве «свидетеля» используют 75—100 мл дистиллированной воды, в которую добавляют в тех же количествах вышеуказанные реактивы и несколько капель трилона Б.

5. Одновременно ставят контроль для проверки воды и всех реактивов без раствора золы.

6. Рассчитывают содержание кальция в корме по формуле

$$x = \frac{(A - K) \cdot T \cdot V}{V_1 \cdot C},$$

где x — содержание кальция в корме, мг/г или г/кг; A — объем 0,01 н. (или 0,02 н.) раствора трилона Б, пошедший на титрование испытуемого раствора золы, мл; K — количество трилона Б, пошедшее на титрование в контроле, мл; V — общий объем раствора золы, мл; V_1 — объем раствора золы, взятый на анализ, мл; C — масса корма, взятая на озолнение, г; T — титр раствора трилона Б, то есть количество кальция, соответствующее 1 мл раствора определенной нормальности (1 мл 0,01 н. раствора трилона Б соответствует 0,2 мг кальция, а 1 мл 0,02 н. раствора — 0,4 мг кальция).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ В МИНЕРАЛИЗАТЕ КОРМА ПОСЛЕ МОКРОГО ОЗОЛЕНИЯ

При определении кальция в растворе золы после мокрого озолнения можно использовать оксалатный (центрифужный микрометод) или комплексометрические методы.

Необходимые реактивы и ход определения кальция в растворе золы приводятся на страницах 77—83.

Для определения кальция можно также применять метод пламенной фотометрии, описание которого приводится в специальных руководствах.

Сущность этого метода заключается в сравнении интенсивности излучений кальция в пламени газ — воздух при введении в него анализируемых растворов или стандартных растворов с известным содержанием исследуемого элемента. Для определения кальция используют пламя воздушно-ацетиленовой или воздушно-пропановой смеси газов. Отрицательное влияние мешающих элементов устраняют добавлением в фотометрируемые растворы соли магния (или стронция). Фосфат-ионы и полуторные окислы, влияющие на определение кальция, можно предварительно удалить, осаждаая уротропином в присутствии хлорида железа.

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФОРА ПО ИНТЕНСИВНОСТИ ОКРАСКИ ФОСФОРНО-МОЛИБДЕНОВОЙ СИНИ (ИЗ РАСТВОРА ЗОЛЫ)

Этот метод основан на свойстве неорганических фосфатов давать с молибденовокислым аммонием комплексные соединения, которые затем восстанавливаются сульфитом натрия и гидрохиноном или амидолом до молибденового окисла, окрашенного в голубой цвет (так называемая молибденовая синь). При этом интенсивность синего окрашивания пропорциональна количеству фосфора в растворе.

Для определения фосфора можно использовать раствор золы, полученной сухим озолением (при температуре 450—500 °С), и минерализаты корма. Методики озоления и получение основного раствора золы см. на стр. 71—76.

Для определения фосфора из первоначального (основного) раствора золы готовят после соответствующего разведения рабочие растворы (табл. 16). Концентрация фосфора в растворе золы, взятом для колориметрического определения, не должна превышать 0,15 мг.

Реактивы, посуда, оборудование. Основной эталонный стандартный раствор фосфора (4,393 г химически чистого однозамещенного фосфата калия — KH_2PO_4 , предварительно высушенного в эксикаторе над серной кислотой до постоянной массы, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе на 1 л. К готовому раствору прибавляют 5 мл

16. Определение оптимального объема раствора золы при массе корма 2 и 5 г

Корма (воздушно-сухое состояние)	Масса корма 2 г		Масса корма 5 г	
	Объем раствора золы, мл			
	Разведение раствора золы	Общий объем рас- твора золы	Разведение раствора золы	Общий объем рас- твора золы
Сено, солома, силос, тра- ва, корнеклубнеплоды	Без разведе- ния	100	10 мл до 25	250
Зерно злаковых и бобо- вое	25 мл до 50 или без раз- ведения	200	10 мл до 50	500
Жмыхи, шроты, отруби, дрожжи, комбикорма	10 мл до 100	1000	5 мл до 100	2000
Мука рыбная и мяско- стная	2 мл до 100	5000	25,5 мл до 250	10 000

Примечание. Первоначальный (основной) объем раствора золы — 100 мл. Для колориметрического определения фосфора берут по 2 мл разведенного раствора золы корма.

хлороформа); рабочий стандартный раствор, в 1 мл которого содержится 0,01 мг фосфора (основной раствор разводят в день анализа в 100 раз); 5 %-ный раствор молибденовокислого аммония (25 г молибденовокислого аммония растворяют приблизительно в 300 мл дистиллированной воды и, если нужно, фильтруют. В другой колбе к 125 мл дистиллированной воды приливают 75 мл концентрированной серной кислоты. Растворы смешивают, охлаждают и доводят до 500 мл дистиллированной водой); 20 %-ный раствор сернистокислого натрия (сульфит натрия) (готовят на 7—10 дней из сухой безводной соли Na_2SO_3 ; хранят в хорошо закрытой склянке); 1 %-ный водный раствор гидрохинона (добавлена 1 капля концентрированной серной кислоты); содово-сернистый раствор (20 мл 20 %-ного раствора сульфита натрия смешивают перед работой со 100 мл 20 %-ного раствора углекислого натрия. Перед употреблением фильтруют. Раствор нестойк); 0,50 %-ный амидол на 5 %-ном растворе сульфита натрия; мерные колбы вместимостью 100 мл; мерные пипетки на 1, 2, 5 и 10 мл; бюретки на 25 и 50 мл; фотоэлектроколориметры или визуальный колориметр.

Ход определения. 1. Берут мерные колбы вместимостью 100 мл. В предназначенные для стандартных растворов фосфора три колбы из пипетки наливают 2, 5 и 10 мл ра-

бочего раствора фосфора (0,02; 0,05; 0,10 мг фосфора); в две колбы для приготовления «нулевого раствора» — по 50 мл дистиллированной воды; в колбы для испытуемых проб кормов — по 2 мл раствора золы (см. табл. 16).

2. Во все колбы добавляют до 50 мл дистиллированную воду и приливают по 2,5 мл раствора молибденово-кислого аммония. Раствор в колбах перемешивают и оставляют на 5 мин.

3. Во все колбы вносят по 2,5 мл раствора сульфата натрия. Колбы встряхивают, через 10 мин в них добавляют по 2 мл раствора гидрохинона. Содержимое тщательно перемешивают.

4. Объем раствора в колбах доводят до метки 100 мл, тщательно перемешивают и оставляют на 16—24 ч.

Вместо раствора сульфата натрия можно использовать содово-сернистый раствор, который осторожно по стенке приливают в колбочки (по 5 мл) после раствора гидрохинона. Содержимое колбочек осторожно несколько раз перемешивают, пока не прекратится его вспенивание. Вместо раствора сульфата натрия и гидрохинона можно применять также смесь 0,5 %-ного раствора амидола в 5 %-ном растворе сульфата натрия (по 2,5 мл) (при использовании содово-сернистого раствора или амидола колориметрию окрашенных растворов можно проводить через 60 мин).

5. Проводят колориметрию растворов, окрашенных в синий (голубой) цвет. Интенсивность окраски испытуемого и стандартного растворов сравнивают в колориметре Дюбоско или в фотоколориметрах ФЭК-М, ФЭК-Н и др.

Расчет содержания фосфора при использовании визуального колориметра. Содержание фосфора в корме при сжигании методом сухого озоления и использования колориметра Дюбоско рассчитывают по формуле

$$x = \frac{C \cdot H_{ст} \cdot V \cdot P}{H_x \cdot V_1 \cdot a},$$

где x — содержание фосфора в исследуемом корме, мг/г или г/кг; C — количество фосфора в стандартном растворе, мг; $H_{ст}$ — высота стояния стандартного раствора в стаканчике колориметра, установленная по шкале; H_x — высота стояния испытуемого раствора; V — общий объем раствора золы после разведения, мл (см. табл. 16); V_1 — объем раствора золы, взятый для колориметрического определения фосфора, мл; a — навеска корма, г; P — разведение подготовленного для колориметрии окрашенного раствора.

Индекс P показывает, во сколько раз объем (разведение) испытуемого раствора больше стандартного раствора фос-

17. Форма для записи результатов анализа корма на содержание фосфора при использовании визуального колориметра Дюбоско

Показатели	Определение	
	первое	второе

Масса тигля с навеской корма, г
 Масса пустого тигля, г
 Масса корма, г
 Разведение, мл
 Для анализа взято, мл
 Взято стандартного раствора KH_2PO_4 , мл
 Высота стояния стандартного раствора
 Высота стояния испытуемого раствора
 Содержание фосфора, мг/г или г/кг:
 в воздушно-сухом корме
 в первоначальном веществе
 в абсолютно сухом веществе корма

фора. Разводить подготовленный к колориметрии испытуемый раствор приходится только в случае значительной разницы в интенсивности окраски между испытуемым и стандартным растворами.

Если, например, объем стандартного раствора фосфора равен 100 мл, а объем испытуемого (окрашенного) раствора золы корма перед колориметрией — 200 мл, то P равно 2 (200 мл : 100 мл). Чаще всего P равняется 1 (100 мл : 100 мл).

Результаты анализа и колориметрии записывают в приведенную ниже форму (табл. 17).

Особенности определения фосфора при использовании фотоэлектроколориметра. При использовании вместо визуального колориметра фотоэлектроколориметра ФЭК-М или ФЭК-Н строят калибровочную кривую и по ней подсчитывают содержание фосфора. Для этого в мерные колбы на 100 мл берут 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 10, 12 и 15 мл стандартного рабочего раствора фосфора (в 1 мл его содержится 0,01 мг фосфора). Затем, как и при определении фосфора в кормах, добавляют в колбы растворы молибденово-кислого аммония, сульфата натрия и гидрохинона (или амидол, или содово-сернистый раствор). Доведя объем содержимого до 100 мл, оставляют колбы с ним на 16—24 ч, после чего колориметрируют с красным светофильтром. При этом используют стаканчики диаметром 30 мм.

Для построения калибровочной кривой стандартные растворы колориметрируют 3—4 раза в разные дни с одними и теми же реактивами. Затем вычерчивают кривую. По горизонтали располагают данные о концентрации фосфора (мг или мкг), а по вертикали — показатели колориметра. Нуль прибора электрофотоколориметра устанавливают по раствору с водой и реактивами (нулевой раствор без фосфора).

К каждой партии анализируемых проб корма целесообразно готовить 3 стандартных раствора фосфора (содержащих соответственно 0,02; 0,05 и 0,10 мг фосфора) для построения так называемой переменной или контрольной шкалы и для вычисления поправочного коэффициента K .

Схему подготовки к колориметрии испытуемого раствора золы, раствора для установки показания «0» фотоколориметра и стандартного раствора дает преподаватель.

При использовании фотоэлектроколориметра для расчета содержания фосфора окрашенные растворы колориметрируют и записывают показания шкалы фотоколориметра, затем по калибровочной кривой находят количество фосфора (мг), соответствующее показаниям шкалы фотоколориметра. Содержание фосфора в кормах при сухом озолении определяют по формуле

$$x = \frac{C \cdot V \cdot P \cdot K}{V_1 \cdot a},$$

где x — содержание фосфора, мг в 1 г или г в 1 кг корма; C — количество фосфора в анализируемом растворе золы, установленное на калибровочной кривой в соответствии с показателями фотоколориметра, мг; V — общий объем раствора золы после разведения, мл; V_1 — объем раствора золы, взятый для колориметрического определения фосфора, мл; P — разведение подготовленного к колориметрии окрашенного раствора золы (по сравнению со стандартным раствором, объем которого равен 100 мл); a — навеска корма, г; K — поправочный коэффициент на показания ранее подготовленной стандартной шкалы; его следует применять при расчетах, если имеются расхождения с калибровочной шкалой и не вычерчивают новый график (новую переменную шкалу).

Коэффициент K рассчитывают по отношению суммы фактических концентраций фосфора в приготовленных стандартных растворах к сумме концентрации фосфора, определенных по показателям электрофотоколориметра и ранее подготовленной стандартной шкалы на фосфор.

$$\text{Например, } K = \frac{0,170 \text{ мг P (0,2 + 0,05 + 0,100 мг)}}{0,200 \text{ мг (0,024 + 0,058 + 0,118 мг)}} = 0,85.$$

18. Форма для записи результатов анализа корма на содержание фосфора при использовании фотоэлектроколориметра

Показатели	Определение	
	первое, № тигля	второе, № тигля

Масса тигля с образцом корма, г
 Масса пустого тигля, г
 Масса корма, г
 Объем основного раствора золы, мл
 Разведение раствора золы
 Общий объем раствора золы, мл
 Объем раствора золы, взятый для анализа, мл
 Количество фосфора, установленное по калибровочной кривой в соответствии с показанием колориметра, мг
 Коэффициент, поправка на шкалу
 Содержание фосфора, мг/г или г/кг:
 в воздушно-сухом корме, установленное по формуле
 в первоначальном корме
 в абсолютно сухом веществе корма

Результаты анализа записывают в приведенную ниже форму (табл. 18), после чего рассчитывают содержание фосфора в корме.

ВАНАДОМОЛИБДАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА (ИЗ РАСТВОРОВ ЗОЛЫ)

Метод основан на образовании в кислой среде фосфорнованадомолибдатного комплекса желтого цвета. При концентрации фосфора, равной 1—20 мкг/мл (0,001—0,020 мг/мл), интенсивность окраски пропорциональна содержанию элемента. Реакцию следует проводить в 0,5—0,9 н (до 1,5 н) растворе азотной кислоты.

Реактивы, посуда, оборудование. Концентрированная азотная кислота и ее раствор в дистиллированной воде (1 : 2; раствор № 1); ванадиевокислый аммоний-мета (ГОСТ 9336—60, ч.д.а) и его 0,25 %-ный раствор (2,5 г соли растворяют в кипящей дистиллированной воде, после охлаждения добавляют 20 мл концентрированной азотной кислоты и доводят дистиллированной водой объем раствора до 1 л; раствор № 2); 5 %-ный раствор молибденовокислого аммония (50 г соли растворяют в горячей дистиллированной

воде и после охлаждения доводят водой объем до 1 л; раствор № 3); реагирующая смесь (растворы № 1, 2 и 3 смешивают в соотношении 1 : 1 : 1. Смесь может храниться в темном прохладном месте до 6 месяцев). Запасной стандартный раствор фосфора (4,393 г KH_2PO_4 х. ч. растворяют в мерной колбе на 1000 мл в дистиллированной воде и доводят объем до метки. В 1 мл запасного раствора содержится 1 мг фосфора). Используют его для приготовления шкалы образцовых растворов, для чего в мерные колбы на 500 мл вливают определенное количество запасного стандартного раствора и по 5 мл 20 %-ного раствора соляной кислоты. Затем объем раствора в колбах доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Мерные колбы на 50, 100, 500 и 1000 мл (ГОСТ 1770—74); мерные пипетки на 5, 10, 15, 20 мл (ГОСТ 202-92—74); мерные цилиндры на 1000 мл (ГОСТ 1770—74); фотоэлектроколориметр (максимальное светопоглощение наблюдается в ультрафиолетовой части спектра при 315 нм. Колориметрируют при 460—500 нм, используя синий светофильтр. Окраска устойчива в течение примерно 48 ч); электроплитка с закрытой спиралью.

Ход определения. 1. В конические или мерные колбы на 50 мл (из термостойкого стекла) вливают пипеткой с резиновым баллончиком или шприцем-дозатором по 25 мл образцовых растворов № 1, 3, 5 и 7 (см. табл. 19; при построении градуировочного графика используют все 8 растворов). В колбочки, предназначенные для анализируемых проб, приливают пипеткой с баллончиком по 5—10 (при навеске

19. Шкала образцовых растворов

Показатели	Номера колб								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем запасного стандартного раствора	0	1	2	3	4	6	8	10	16
Содержание фосфора в 500 мл образцового раствора, мг	0	1	2	3	4	6	8	10	16
Содержание фосфора в 25 мл образцового раствора, взятого для колориметрии, мг	0	0,05	0,10	0,15	0,20	0,30	0,40	0,50	0,80

корма 5 г) или по 25 мл (при навеске 1—2 г) раствора золы. При 5—10 мл раствора золы добавляют по 5—7 капель 10%-ной соляной кислоты и по 20—15 мл воды. Одновременно проводят «холостое» определение в растворе, полученном при обработке тигля без золы корма.

2. В колбы с образцовыми и испытуемыми растворами добавляют по 5 мл раствора азотной кислоты (1 : 2; раствор № 1); колбы ставят на плитку, доводят растворы до кипения и затем охлаждают.

3. Во все колбы вносят по 15 мл реагирующей смеси, содержимое взбалтывают, доводят его объем дистиллированной водой до метки (или сначала переливают из конической колбочки в мерную, обмывают 10—20 мл воды). Растворы в мерных колбах перемешивают и оставляют на 30 мин.

4. Фотометрируют, используя синий светофильтр с максимумом пропускания 450—500 нм и кюветы с толщиной просвечивающего слоя 20—30 мм. Для установки колориметра используют «нулевой» раствор шкалы.

5. Содержание фосфора в анализируемом растворе золы корма определяют по градуировочному графику, построенному по результатам фотометрирования образцовых растворов шкалы. На оси абсцисс графика откладывают содержание фосфора во всем объеме (50 мл) образцовых растворов шкалы, подготовленных к фотометрии, а на оси ординат — их оптическую плотность. Калибровочную шкалу проверяют для каждой новой партии испытуемых растворов. Рассчитывают содержание фосфора по формуле

$$x = \frac{C \cdot V}{V_1 \cdot a} \quad \text{или} \quad x = \frac{(C - B) \cdot V}{V_1 \cdot a},$$

где x — содержание фосфора, мг в 1 г или г в 1 кг корма; C — количество фосфора в анализируемом объеме (в 50 мл колориметрируемого окрашенного раствора), установленное по калибровочной кривой в соответствии с показаниями фотоколориметра, мг; B — содержание фосфора, найденное по графику, в объеме «холостого» раствора, взятого для анализа, мг; V — общий объем раствора золы, мл; V_1 — объем раствора золы, взятого для определения, мл; a — масса корма, г.

ВАНАДОМОЛИБДАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА ИЗ МИНЕРАЛИЗАТА КОРМА (ПО МЕТОДИКЕ ЦИНАО)

Для определения фосфора в минерализате, полученном в результате мокрого озоления корма концентрированной серной кислотой, используют колориметрические методы

(ванадомолибдатный и др.). Приготовление минерализата и реактивов для ванадомолибдатного метода приведено на страницах 74—76 и 91—93.

Подготовка калибровочной шкалы. 1. Для приготовления шкалы образцовых растворов используют основной запасной раствор фосфора, содержащий в 1 мл 1 мг фосфора и 1,26 мг калия (запасной стандартный раствор № 1).

2. Из него готовят рабочий стандартный раствор фосфора, содержащий в 1 мл 0,2 мг элемента (стандартный раствор № 2). Для этого в колбу на 500 мл вливают 100 мл основного запасного раствора фосфора (№ 1) и дистиллированной водой объем содержимого в колбе доводят до метки.

3. В колбы на 100 мл, предназначенные для приготовления шкалы образцовых растворов фосфора, добавляют пипеткой с резиновым баллончиком определенные объемы рабочего стандартного раствора № 2, указанные в табл. 20.

4. В каждую колбу с образцовым раствором фосфора наливают до половины объема дистиллированную воду и добавляют по 3 мл концентрированной серной кислоты с селеном, доводят объем водой до 100 мл; раствор тщательно перемешивают.

5. Далее в конические колбочки или химические стаканы пипеткой с баллончиком или шприцем-дозатором

20. Калибровочная шкала образцовых рабочих растворов фосфора

Показатели	Номера колб						
	0	1	3	5	7	9 и др.	16
Объем рабочего стандартного раствора № 2 с содержанием в 1 мл 0,2 мг фосфора, мл	0	1	3	5	7	9	16
Содержание фосфора, мг: в 100 мл образцового раствора	0	0,20	0,60	1,00	1,40	1,80	3,2
в 1 мл образцового раствора	0	0,002	0,006	0,010	0,014	0,018	0,032
в 25 мл образцовых растворов, использованных для приготовления калибровочной шкалы и фотометрии	0	0,05	0,15	0,25	0,35	0,45	0,80

Примечание. Раствор в нулевой колбе используют для установки нуля прибора.

вливают по 25 мл образцовых растворов, содержащих известное количество фосфора.

6. Дозатором прибавляют по 15 мл реагирующей смеси, растворы перемешивают и оставляют на 1 ч.

7. На фотоколориметре измеряют оптическую плотность растворов, используя синий светофильтр и кювету с толщиной просвечивающего слоя 20—30 мм. Для сравнения используют нулевой раствор шкалы.

8. Строят градуировочный график, для чего на оси абсцисс откладывают показатели содержания фосфора в образцовых растворах, а на оси ординат — показатели их оптической плотности.

Ход определения фосфора. 1. В конические колбы на 100 мл для проверки шкалы отбирают пипеткой или шприцем-дозатором по 25 мл образцовых растворов № 1, 3, 5 и 9. В колбы, предназначенные для анализируемых проб, дозатором или пипеткой с резиновым баллончиком вливают по 25 мл минерализата кормов. Из контрольной колбы берут 25 мл раствора минерализата без пробы корма («холостое определение»).

2. В колбы с минерализатом кормов, образцовыми растворами фосфора и в «холостую» пробу прибавляют дозатором по 15 мл реагирующей смеси, после чего содержимое взбалтывают и оставляют на 1 ч.

3. На фотоколориметре измеряют оптическую плотность растворов, окрашенных вследствие образования фосфорно-ванадомолибдатного комплекса в желтый цвет. Используют синий светофильтр и кюветы с толщиной просвечивающего слоя 20—30 мм.

4. По градуировочному графику находят концентрацию фосфора во взятых на анализ испытуемых растворах и в «холостой» пробе (проверка чистоты реактивов на фосфор).

5. Содержание фосфора определяют по формуле

$$x = \frac{(a - K) \cdot V}{V_1 \cdot H},$$

где x — содержание фосфора в исследуемом корме, мг/г или г/кг;
 a — количество фосфора, найденное по градуировочному графику во взятом на анализ объеме (25 мл) минерализата корма, мг; K — количество фосфора в том же объеме контрольного («холостого») минерализата, установленное по градуировочному графику, мг;
 V — общий объем минерализата корма, мл; V_1 — объем минерализата корма, взятый для колориметрического определения фосфора (по прописи — 25 мл); H — навеска корма, г.

Примечание. В случае, если показатели фотометрии образцовых растворов, взятых для контроля, отличаются от показателей калибровочной шкалы, то в расчеты вносят поправку, определение которой описано на странице 99.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛИЯ И НАТРИЯ

Калий и натрий определяют в растворах золы, полученных при «мокром» или «сухом» методе озоления корма. При сухом озолении проб корма возможны потери калия, если температура в муфельной печи поднимается выше 550 °С.

Химические методы определения калия и натрия трудоемки. При массовых анализах кормов на содержание калия и натрия широко используют пламенно-фотометрический метод анализа. Пламенная фотометрия — это один из методов спектрального анализа, использующий в качестве источника света низкотемпературное (1770—1925 °С) пламя горючего газа (пропан-бутан—воздух, сетевой газ — воздух и др.). Метод основан на способности калия, натрия, кальция и некоторых других элементов, введенных в виде аэрозоля в пламя газовой горелки, испускать лучи определенной длины волны. Выделяют спектральные линии отдельных элементов посредством специальных интерференционных светофильтров с максимумом пропускания света в определенной зоне: для калия — 766,5 и 769,9 нм, для натрия — 580,0 и 589,9; для кальция — 620 нм. Излучаемые исследуемым элементом световые волны направляют через светофильтры на фотоэлемент, превращающий лучистую энергию в электрическую, регистрируемую гальванометром.

По силе возникшего фототока судят о концентрации элемента.

Количественный анализ калия и натрия методом пламенной фотометрии основан на том, что интенсивность спектра излучения, возбуждаемого исследуемым элементом, зависит от концентрации его в анализируемом растворе. Сравнивая показатели излучения испытуемого и образцовых растворов, определяют с помощью градуировочных графиков концентрацию калия или натрия в 1 мл раствора, а затем по формуле рассчитывают их содержание в корме.

Пламенный фотометр позволяет определять калий и натрий при концентрации их в 1 л раствора от 0,5 до 100 мг. Точность определения элементов на пламенном фотометре зависит от стабильности условий возбуждения атомов в пламени, от режима работы прибора (то есть от давления горючего газа и воздуха, равномерности поступления раствора в пламя), а также от идентичности химических и физических свойств испытуемых и стандартных растворов. Большое разбавление исследуемых растворов устраняет или уменьшает влияние состава пробы на результаты фотометрирования.

В растворах золы корма содержится целый комплекс минеральных элементов (кальций, фосфор, натрий и др.), оказывающих влияние на интенсивность излучения калия и натрия и являющихся часто причиной погрешностей в анализах и плохой воспроизводимости. Для уменьшения (или устранения) влияния состава пробы на результаты фотометрии используют различные методы:

1. Доводят концентрацию калия в исходном растворе золы корма до 2—10 мкг/мл.

2. Применяют растворы буферирующих солей (магния, стронция при определении кальция; хлоридов натрия, фосфатов и др. при определении калия; солей калия при определении натрия).

3. Используют модельный стандартный раствор, воспроизводящий в среднем состав золы кормов по мешающим анализу компонентам.

4. Метод внутреннего стандарта в сочетании с избыточной добавкой буферирующего вещества.

Для пламенной фотометрии используют следующие отечественные и зарубежные приборы: ФПФ-58; ПФМ; ФПЛ-1; ППФ-УНИИ-3, «Цейсс III», «Флафо-4» с компрессором и фильтром для очистки воздуха от влаги и масла, флавокол с компрессором.

В целом, метод пламенной фотометрии характеризуется высокой точностью, быстротой и простотой и позволяет проводить анализ при минимальном расходе исследуемого вещества. Необходимо помнить, что устанавливать пламенный фотометр и работать на нем следует строго по инструкции, прилагаемой к прибору. При этом необходимо соблюдать правила техники безопасности.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА, ФОСФОРА, КАЛИЯ И КАЛЬЦИЯ В КОРМАХ С ПОМОЩЬЮ АВТОАНАЛИЗАТОРА ПРОТОЧНОГО ТИПА

При использовании автоанализатора проточного типа для определения содержания азота, фосфора, калия и кальция в кормах в несколько раз ускоряются сроки анализа и обеспечиваются требуемая точность и воспроизводимость результатов. Подготовка образцов корма к анализу, методика мокрого озоления, получение испытуемых и образцовых растворов, необходимые посуда, реактивы и их приготовление указаны на страницах 74—76, 103, 105—108.

Для проведения анализов автоматизированным методом используют автоанализаторы проточного типа, работающие по двух-, трех- или четырехканальной системе типа «Контифло» (Венгрия) или «Мединген» (ГДР). Завод контрольных приборов «Мединген» выпускает автоанализатор непрерывного действия, работающий по четырехканальной системе, при которой возможно одновременное определение в минерализате кормов азота, фосфора, кальция и калия. Работает такой автоанализатор по поточному принципу. В замкнутую систему труб в постоянных соотношениях непрерывно вводят реактив, воздух и исследуемый раствор (рис. 5). Все операции — дозирование, смешивание реак-

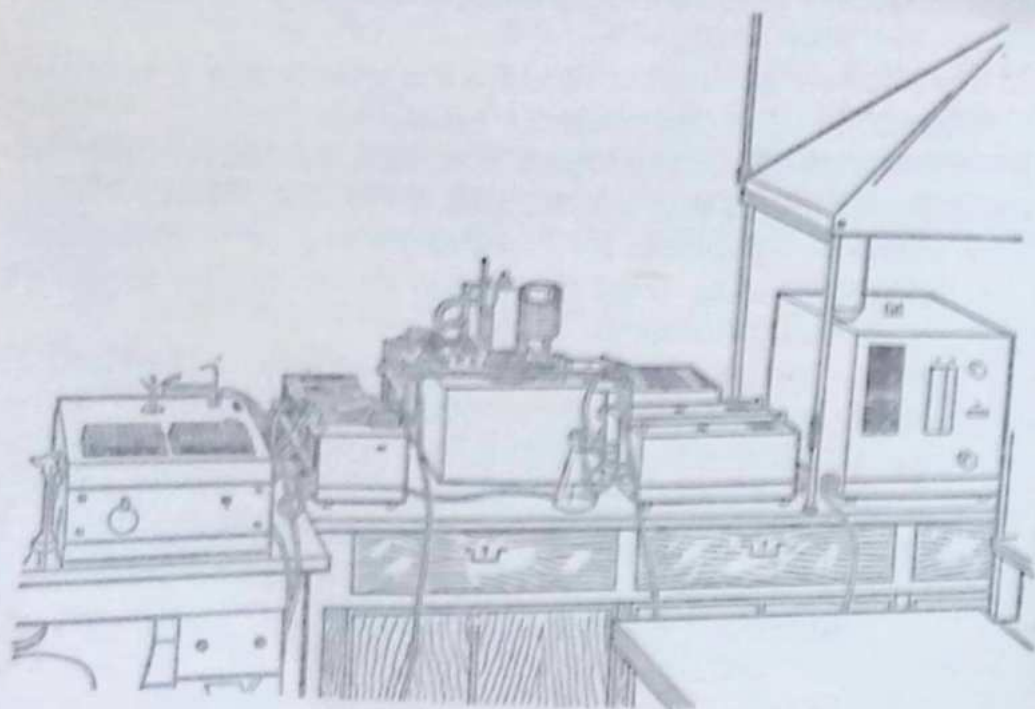


Рис. 5. Общий вид автоанализатора проточного типа

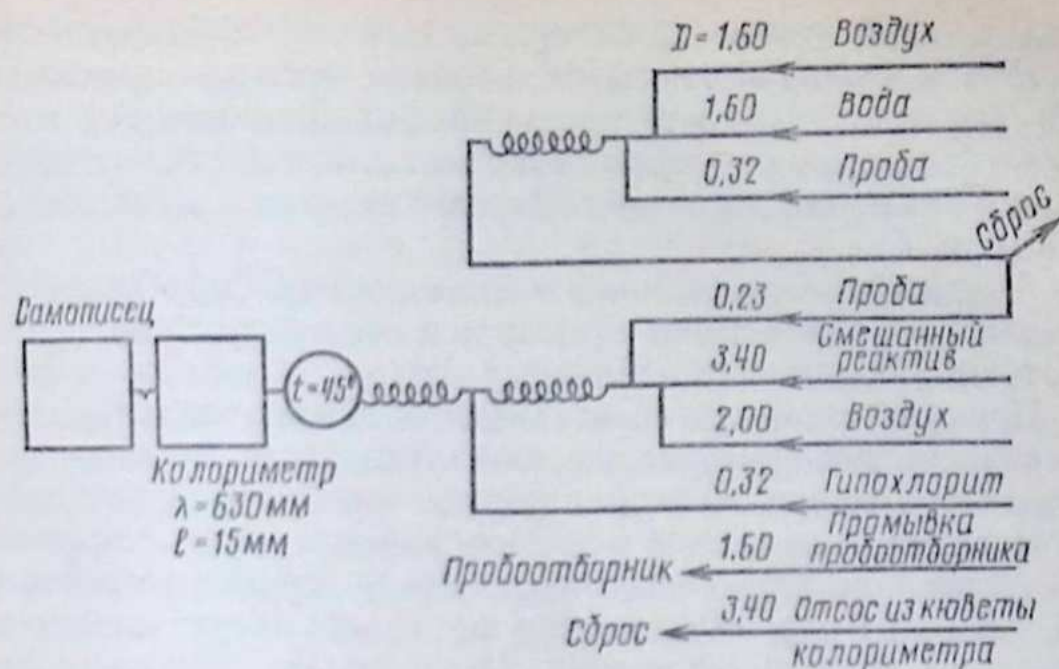


Рис. 6. Схема определения азота (аммония) на автоанализаторе проточного типа

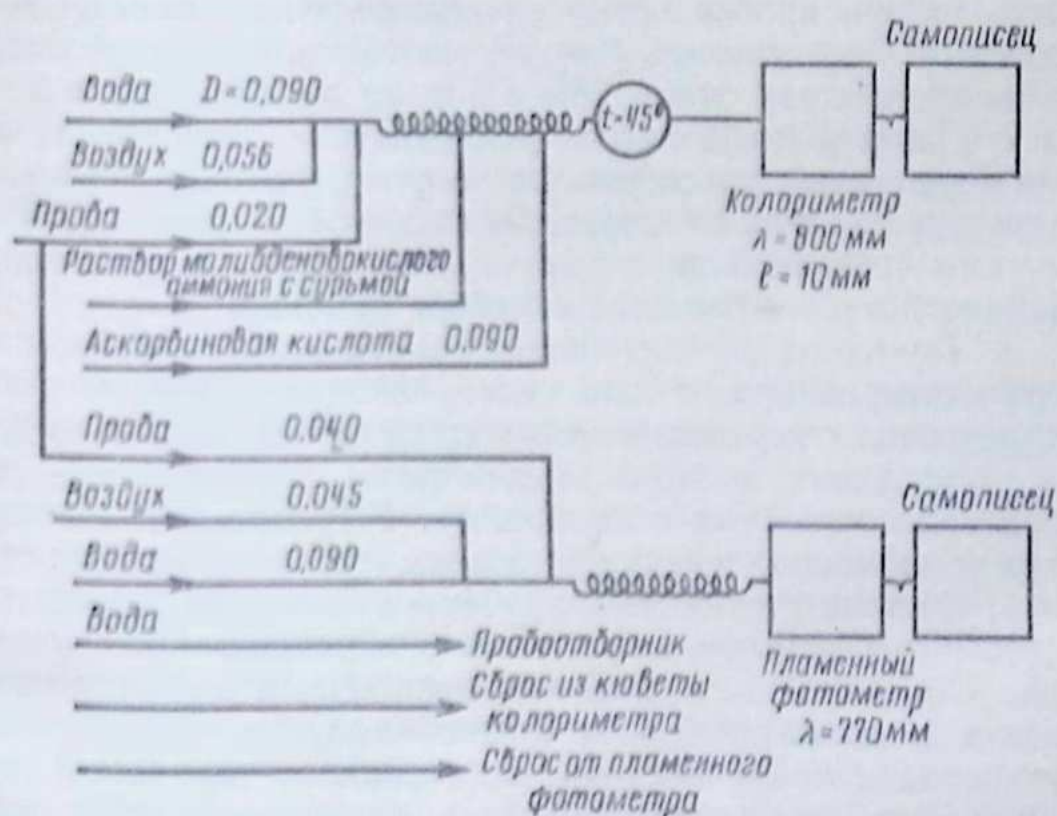


Рис. 7. Схема определения фосфора и калия на автоанализаторе проточного типа

тива с испытуемым или образцовым (калибровочными) раствором, выдержка времени, необходимого для прохождения реакции, термостатирование реакционной смеси, а также фотометрия — проводятся в замкнутой системе труб. Общий принцип действия автоанализатора показан на рис. 6 и 7.

Анализатор — не единый компактный прибор. Он составляется из ряда базовых приборов и систем трубопроводов, соответствующих применяемому методу анализа.

Принцип определения искомых элементов на автоанализаторе и характеристика комплектующих его базовых приборов. 1. Автоматический отборник проб управляет автоматическим вводом проб в систему анализа. Анализируемые растворы золь корма наливаются без дозировки в пробирки на 1,5 или 3 мл, вставляемые по 10—11 штук в сменные магазины (блоки) отборника. Испытуемая жидкость или образцовый раствор из пробирок отбираются через капилляр отбирающего устройства. В точно установленной по времени последовательности посредством специального насоса засасывается испытуемый раствор или промывная жидкость. При этом после каждого отбора пробы канюля опускается в сосуд с промывной жидкостью. Продолжительность отбора проб и время промывки запрограммированы на контактных дисках. Сменой контактных дисков можно изменить частоту отбора проб (от 40 до 230 проб в 1 ч).

2. Дозировочный насос предназначен для перекачивания испытуемых растворов, растворов реактивов и воздуха в систему анализа автомата. Он состоит из перекачивающей системы и двигателя с редуктором (для переключения скоростей перекачивания) и набора шлангов.

3. Термостат состоит из бака термостатирования, реле термостатирования и мешалки. Мешалка служит для непрерывного перемешивания термостатной жидкости (дистиллированная вода) и поддержания равномерного температурного режима в термостате. Регулируется температура с помощью специального контактного термометра.

4. Система стеклянных трубопроводов состоит из смесителей, угольников, смесительных и реакционных змеевиков. Объединяясь в этой системе, растворы реактивов, воздух и проба образуют поток жидкости, прерываемый воздушными промежутками. Химические реакции (на азот или фосфор) протекают при прохождении растворов через один или несколько реакционных змеевиков. Последние термостатируются в специальных термостатах.

Например, определение азота на автоанализаторе проточного типа осуществляется по следующей схеме: анализируемый раствор через капилляр пробоотборника поступает в определенный канал проточной системы автоанализатора, куда подается смешанный реактив — рабочий окрашивающий раствор (состав и приготовление его см. на странице 106) и воздух. В первой смесительной спирали анализируемая проба перемешивается с окрашивающим реактивом, в полученную смесь дозируется рабочий раствор гипохлорита натрия, содержащий 0,05 % активного хлора. Во второй смесительной спирали эти растворы перемешиваются, после чего поступают для развития окраски в змеевик, который погружен в водяную баню (бак термостатирования, температура 37 °C). Затем окрашенная в сине-зеленый цвет смесь растворов поступает в проточную кювету фотоколориметра.

5. Проточный колориметр. Колориметр ДФК-1 позволяет проводить колориметрические измерения проб кормов, периодически вводимых в поток жидкости, сегментированной воздухом. Прибор — одноканальный с интерференционным светофильтром и вакуумным фотоэлементом.

Для определения азота и фосфора применяют кюветы, рассчитанные на 10-миллиметровый слой жидкости. Светопропускание смеси растворов для определения азота измеряется при длине волны 625—630 нм, а окрашенного раствора на фосфор — при 400 нм. Небольшая ширина прибора обеспечивает параллельную расстановку нескольких колориметров для сборки многоканальных автоанализаторов (например, на азот, фосфор и другие элементы).

Для питания источника света проточного колориметра используется электронный стабилизатор.

Фотометрические измерения испытуемых растворов проводят после завершения соответствующих реакций и отделения из потока жидкости пузырьков воздуха. После удаления пузырьков воздуха окрашенная жидкость проходит через проточную кювету колориметра. Периодически изменяющееся поглощение в проточной кювете света соответствует по своей частоте работе отбирающего устройства в автоматическом отборнике проб.

6. Результаты фотометрии регистрируются однолинейным самописцем, предназначенным для приема и регистрации сигнала только от одного подключенного к нему фотометра.

Все изменения светопоглощения с помощью фотоэле-

мента преобразуются в электрические сигналы, передаваемые на регистрирующий прибор с устройством выдержки и распознавания пиков (одноканальный самописец). По высоте пиков на диаграммной ленте, записываемых последовательно в соответствии с последовательностью расположения пробирок, вставленных в магазины автоматического отборника проб, определяют концентрацию искомых элементов в растворах.

Для обработки результатов измерений можно использовать специальный одноканальный блок, состоящий из регистрирующего прибора (с устройством выдержки и распознавания пиков), аналого-цифрового преобразователя и выходного печатающего устройства. При обработке небольшого количества результатов анализа проб корма используют особый прибор для обработки диаграмм (ДА-1; входит в комплект автоанализатора). При этом диаграммную ленту с записанными пиками перемещают (рукой) по столу отсчета прибора и измеряют высоту пика в миллиметрах. Показатели концентрации, соответствующие каждому пику, можно отсчитывать непосредственно по прилагаемой к прибору номограмме или по градуировочным графикам.

7. Для определения кальция и калия в систему автоанализатора с непрерывным потоком жидкости включают одноканальные пламенные фотометры с горелкой ламинарного истечения, специальными интерференционными светофильтрами и вакуумными фотоэлементами. Воздух от смешанного реактива отделяется внутри приборов.

Часть минерализата корма из отборника проб поступает в систему трубопроводов, соединенных с пламенными фотометрами. Интенсивность спектров пламени, излучаемых кальцием или калием, фотометрируется и регистрируется самописцами.

При анализе на калий используют светофильтр, пропускающий лучи с длиной волны 768 нм, а при анализе на кальций — лучи с длиной волны 625 нм. В качестве горючего газа для определения калия применяется пропан, а для определения кальция — ацетилен. Расход воздуха — 280 л в 1 ч.

8. В комплект базовых приборов четырехканального автоанализатора входят также блок промывки и перекачивания, компрессорная установка, система проводов, стеклянные детали, элементы крепления, функциональные узлы, комплектующие и другие детали, монтируемые на специальном основании.

К автоанализатору непрерывного действия и к каждому его базисному прибору прилагаются инструкции по установке и эксплуатации и методические указания по определению фосфора, азота, калия и кальция.

Подготовка и построение калибровочных шкал для определения азота, фосфора, калия и кальция на автоанализаторе. 1. Готовят запасные эталонные растворы:

а) на азот — 9,553 г NH_4Cl (хлорид аммония) растворяют в дистиллированной воде и доводят объем содержащего до 1000 мл. В 1 мл раствора хлорида аммония содержится 2,5 мг азота;

б) на фосфор и калий — 4,393 г K_2HPO_4 растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1000 мл. В 1 мл этого раствора содержится 1 мг фосфора (или 2,29 мг P_2O_5) и 1,259 мг калия (или 1,52 мг K_2O);

в) 2,497 г предварительно высушенного при температуре 110 °С углекислого кальция (CaCO_3 , х. ч.) небольшим количеством дистиллированной воды осторожно смывают в мерную колбу вместимостью 1000 мл и растворяют, добавляя в колбу 10 мл 25 %-ной соляной кислоты. Дистиллированной водой объем содержащего доводят до метки 1000 мл и тщательно перемешивают. В 1 мл раствора содержится 1 мг кальция.

2. Готовят рабочие стандартные растворы, используемые для построения калибровочной шкалы на азот, фосфор, калий, кальций. Калибровочные растворы приготавливают в колбах вместимостью 500 мл. В табл. 21 указаны объемы запасных эталонных растворов, добавляемых в колбы для приготовления стандартных рабочих растворов (образцовых), используемых для построения калибровочной шкалы.

В каждую колбу приливают по 200 мл дистиллированной воды и по 10 мл серной кислоты с селеном, и объем содержащего доводят дистиллированной водой до метки 500 мл.

3. Строят калибровочные графики на азот, фосфор, калий и кальций, для чего на горизонтальной оси откладывают показатели концентрации элемента в 1 мл стандартного рабочего раствора (мг/мл), а по вертикали — высоту пиков с диаграммной ленты (в мм), соответствующих различным концентрациям элементов в стандартных растворах.

4. Высота пика, регистрируемого на диаграммной ленте самописца, зависит от концентрации элемента в стандартном или испытуемом растворе. При обработке данных анализа измеряют на диаграммах высоту пиков, соответствующих определенным концентрациям элементов в стандартных

21. Шкала калибровочных (образцовых) растворов

Растворы, элементы	Номера колб							
	0	1	2	3	4	5	6	7

Объем запасных (эталонных) растворов, мл

KH ₂ PO ₄	0	1	2	4	6	8	12	16
NH ₄ Cl	0	4	8	12	16	20	24	28
CaCO ₃	0	1	3	5	10	15	20	25

Содержание элемента в 1 мл образцового раствора, мг

P	0	0,002	0,004	0,008	0,012	0,016	0,024	0,032
N	0	0,020	0,040	0,060	0,080	0,100	0,120	0,140
K	0	0,0025	0,005	0,010	0,015	0,020	0,030	0,040
Ca	0	0,002	0,006	0,010	0,020	0,030	0,040	0,050

Примечание. Общий объем образцовых растворов равен 500 мл.

растворах и испытуемых пробах кормов. Сравнением этих величин с показателями калибровочного графика определяют содержание (мг/мл) искомого элемента (азота, фосфора, калия или кальция), соответствующее определенной высоте пика, зарегистрированного для данной пробы корма на диаграмме самописца.

5. Содержание исследуемого элемента в пробе корма рассчитывают по формуле

$$x = \frac{a \cdot V \cdot P \cdot 100}{H \cdot 1000},$$

где x — содержание искомого элемента (азот, фосфор, калий или кальций) в пробе корма, %; a — содержание искомого элемента, установленное по калибровочному графику в соответствии с высотой пика на диаграммной ленте, мг/мл; V — объем основного раствора минерализата корма, мл; P — кратность разведения минерализата (для растворов минерализата без разведения P равна 1); $H \times 1000$ — навеска корма, взятая для озоления, мг; 100 — коэффициент для пересчета в проценты.

6. Азот, фосфор, калий и кальций определяют в двукратной повторности. Результаты анализов считаются достоверными, если разница между смежными определениями не превышает 5 %. Если расхождение превышает указанную величину, анализ проводят вновь.

Результаты определения азота, фосфора, калия и кальция пересчитывают на абсолютно сухое вещество и на корм натуральной влажности.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА В МИНЕРАЛИЗАТЕ КОРМА
ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РЕАКЦИИ ИНДОЛФЕНОЛЬНОЙ
ЗЕЛЕНИ (ПО МЕТОДИКЕ ЦИНАО)**

Колориметрическое определение азота в растворах после мокрого озоления кормов основано на образовании ионами аммония, окрашенного индолфенольного соединения, интенсивность которого регистрируется фотоколориметром. В начале реакции ион аммония окисляется хлором до хлорамина, который образует с салицилатом натрия сине-зеленое индолфенольное (α -нафталовое) соединение с максимумом поглощения около 655 нм. В качестве катализатора этой реакции используют нитропруссид натрия. Методика мокрого озоления корма приведена на стр. 74.

Реактивы, посуда, оборудование. Реактивы: аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, х. ч.; запасной стандартный раствор аммония: 1,910 г хлористого аммония растворяют в безаммиачной дистиллированной воде и доводят объем раствора водой до 1 л. В 1 мл такого раствора содержится 0,5 мг азота (для работы на автоанализаторе применяют более концентрированный запасной эталонный раствор хлористого аммония, в 1 мл которого содержится 2,5 мг азота); рабочие образцовые растворы хлористого аммония для построения калибровочной шкалы на азот. Готовят образцовые растворы в мерных колбах емкостью 100 мл, отбирая в них определенные объемы запасного стандартного раствора (табл. 22). Затем каждую колбу доливают до половины объема дистиллированной водой и прибавляют в них по 3 мл концентрированной серной кислоты, содержащей селен, после чего жидкость перемешивают. Охладив растворы, доводят их объем в колбах дистиллированной водой до метки и снова перемешивают. Для сравнения использу-

22. Шкала образцовых растворов хлористого аммония

Показатели	Номера колб			
	0	1	2	3
Объем запасного стандартного раствора, мл	0	2	4	8
Содержание азота в 100 мл образцового раствора, мг	0	1	2	4
Содержание азота в 1 мл образцового раствора, мг (то же в 100 мл подготовленных к колориметрии образцовых растворов)	0	0,010	0,020	0,040

Показатели	Номера колб				
	4	5	6	7	8
Объем запасного стандартного раствора, мл	12	16	20	24	28
Содержание азота в 100 мл образцового раствора, мг	6	8	10	12	14
Содержание азота в 1 мл образцового раствора, мг (то же в 100 мл подготовленных к колориметрии образцовых растворов)	0,060	0,080	0,100	0,120	0,140

ют нулевой раствор шкалы; гидроокись натрия (ГОСТ 4328—77, х. ч.); натрий салициловокислый (ГОСТ 17528—72, х. ч.); натрий нитропруссидный (ГОСТ 4218—48, х. ч. ч. д. а.); калий-натрий виннокислый (сегнетова соль, ГОСТ 5845—70, х. ч. или ч. д. а.); трилон Б (ГОСТ 10652—73, х. ч. или ч. д. а.); натр едкий (ГОСТ 4328—66, х. ч.)
 запасной окрашивающий раствор: отвешивают 56,7 г салицилата натрия, 16,7 г сегнетовой соли и 26,7 г гидроокиси натрия. Растворяют (поочередно) примерно в 700 мл дистиллированной воды. Раствор кипятят около 20 мин для удаления следов аммиака. После охлаждения в содержимое добавляют 0,4 г нитропрусида натрия и доводят объем до 1 л дистиллированной водой. В хорошо закрытой бутылке реактив может храниться в холодильнике до 1 месяца.

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 день проведения анализа;

известь хлорная техническая (ГОСТ 1692—58); натрий углекислый безводный (ГОСТ 83—63, х. ч.); кислота соляная (ГОСТ 3118—67, х. ч.); калий йодистый (ГОСТ 4232—74, х. ч.); натрий серноватистоокислый (тиосульфат; фиксанал, ГОСТ 4215—66);

запасной раствор гипохлорита натрия: отвешивают 150 г хлорной извести и перемешивают в стакане (емкостью 500 мл) с 250 мл дистиллированной воды. В другом стакане 105 г углекислого натрия растворяют в 250 мл дистиллированной воды. Оба раствора сливают вместе при постоянном перемешивании. Масса сначала густеет, затем разжижается. Суспензию оставляют на 1—2 суток для отстаивания, затем прозрачную жидкость сливают и фильтруют или отсасы-

вают на воронке Бюхнера. В полученном реактиве определяют концентрацию активного хлора. Для этого 1 мл прозрачного фильтрата разбавляют в конической колбе дистиллированной водой до 40—50 мл, прибавляют 2 г йодистого калия и 10 мл 1 н. раствора HCl . Образовавшийся при этом йод оттитровывают 0,1 н. раствором тиосульфата натрия (гипосульфита), приготовленного из фикса-нала, 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 тиосульфата натрия. Следовательно, в 1 мл запасного раствора содержится 0,0788 г хлора ($0,00355 \text{ г} \times 22,2 \text{ мл}$).

Таким образом, концентрация хлора в растворе гипохлорита составляет 7,88 % (7,88 г хлора в 100 мл раствора).

В склянке из темного стекла со шлифом запасной раствор гипохлорита натрия с концентрацией активного хлора 6—10 % сохраняется в холодильнике в течение года;

рабочий раствор гипохлорита натрия с концентрацией хлора 0,125 %. Этот реактив используют для анализа в течение дня. Для его приготовления используют запасной раствор гипохлорита натрия путем разбавления дистиллированной водой до 0,125 %-ной концентрации. Объем запасного раствора, который следует взять для получения 100 мл рабочего раствора гипохлорита натрия, рассчитывают по формуле

$$x = \frac{0,125 \cdot 100}{K},$$

где K — содержание хлора в запасном растворе, % (в нашем примере 7,88 %); x — объем запасного раствора (мл), который надо внести в мерную колбу на 100 мл.

В данном примере следует взять 1,58 мл запасного раствора:

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

При определении азота на автоанализаторе проточного типа используют раствор гипохлорита натрия с концентрацией хлора, равной 0,05 %.

П о с у д а: мерные колбы вместимостью 50 и 100 мл; химические стаканы на 100, 250 и 500 мл; шприц-дозатор или микропипетка на 1 мл; шприц-дозатор на 5 мл или градуированные пипетки (погрешность дозирования не более

1 %); дозатор вместимостью 94 мл или мерный цилиндр (погрешность дозирования не более 1 %).

Оборудование: фотоэлектроколориметр; при проведении анализов по определению азота автоматизированным методом используется автоанализатор проточного типа, например, ПГВ «Мединген» (ГДР) или «Контифло» (Венгрия).

Ход определения азота. 1. а) в химические стаканы вместимостью 100 мл (или цилиндры и мерные колбы на 100 мл) отбирают шприцем-дозатором или микропипеткой по 1 мл анализируемого раствора золы корма;

б) в другие стаканы из образцовых растворов с известным содержанием азота (табл. 22) берут также по 1 мл раствора;

в) из контрольных колб в отдельные стаканы или колбы берут для холостого определения (без озоления корма) по 1 мл раствора.

2. В стаканы или мерные колбочки с испытуемыми и образцовыми и контрольными растворами приливают по 94 мл рабочего окрашивающего раствора, после чего содержимое перемешивают.

3. Прибавляют шприцем-дозатором по 5 мл 0,125 %-ного рабочего раствора гипохлорита натрия, растворы снова перемешивают и оставляют на 1 ч при комнатной температуре до полного развития сине-зеленой окраски.

4. На фотоколориметре измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 655 нм, используя кювету с толщиной просвечивающего слоя 10 мм.

5. Содержание азота в анализируемом растворе определяют по градуировочному графику, построенному по результатам фотометрирования образцовых растворов шкалы.

6. Рассчитывают содержание азота в воздушно-сухом веществе корма по формуле

$$x = \frac{(a - K) \cdot V \cdot 100}{H \cdot V_1},$$

где x — содержание азота в исследуемом корме, %; a — количество азота, найденное по градуировочному графику, в 1 мл взятого для анализа минерализата корма, мг; K — количество азота в том же объеме контрольного (холостого) раствора, найденного по градуировочному графику, мг; H — навеска корма, мг; V — общий объем минерализата корма, мл; V_1 — количество минерализата корма, взятое для колориметрического определения азота (1 мл); 100 — коэффициент пересчета в проценты.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ

При анализе микроэлементов необходимо применять реактивы, освобожденные от примесей, особенно железа, меди и цинка, которые могут мешать определению. При сборе, высушивании и размоле образцов важно соблюдать предосторожность. Нельзя измельчать пробы кормов в мельнице с металлическими жерновами. Металлическую посуду заменяют алюминиевой, пластмассовой или стеклянной. Стекло пирекс лишено цинка. Использовать посуду из этого стекла можно при определении всех редких элементов (кроме бора). Сильные кислоты можно перегонять только в аппаратах из стекла пирекс без металлических частей.

Обычная дистиллированная вода содержит некоторое количество железа, меди, цинка, олова. Поэтому ее можно использовать только для определения бора и марганца.

Все стеклянные аппараты и посуду, применяемые для определения микроэлементов, промывают разведенной кислотой (соляной, уксусной) и затем бидистиллированной водой. Обычно их предварительно моют водопроводной и дистиллированной водой. Промывание бидистиллированной водой еще не обеспечивает полного удаления всех элементов; по крайней мере, небольшое количество тяжелых металлов адсорбируется стеклянной поверхностью. Они могут быть удалены только при замещении другими ионами, такими как ион водорода. Наиболее эффективный метод удаления адсорбированных ионов металлов — полоскание (промывание) стеклянных предметов 0,5 н. уксусной или 0,5 н. соляной кислотой с последующей обработкой бидистиллированной водой. Эта реакция обратима, и чистая стеклянная поверхность будет адсорбировать некоторое количество ионов металлов из водопроводной воды, если снова вступит в контакт с ней. Чтобы исключить потери микроэлементов при некоторых определениях (в результате адсорбции стеклянными стенками сосудов), переносить раствор из одного сосуда в другой нужно по возможности при кислой реакции.

Некоторые количества многих редких элементов встречаются даже в лучших аналитических реактивах. Очищать их от примеси редких элементов можно в лаборатории путем перекристаллизации и специальными методами экстракции, подобными тем, которые используются для определения этих элементов.

Сильные кислоты должны легко очищаться от тяжелых

металлов при перегонке. Можно применять реактивы особой чистоты и спектрально чистые.

При анализе кормов на микроэлементы широкое распространение получили колориметрические, полярографические и спектрофотометрические методы.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАРГАНЦА С ПЕРИОДАТОМ КАЛИЯ

Колориметрическое определение марганца. При колориметрическом определении марганца перманганатным методом применяют обычно периодат калия (или натрия) или персульфат аммония. Окисление Mn^{2+} до MnO_4^- возможно лишь в азотнокислой или сернокислой среде при кислотности, равной 5—7 объемным процентам (10 % при периодатном методе). Ионы железа (Fe^{2+}), сульфиды, хлориды, оксалаты и другие вещества, склонные к окислению (восстановители), удаляют или разрушают выпариванием раствора золы и последующей 2—3-кратной обработкой сухого остатка азотной (в золе много кальция) или смесью азотной и серной кислот. Фосфорная кислота предупреждает осаждение периодата трехвалентного железа (образуется бесцветный комплекс) и периодата или йодата марганца.

Подготовка материала к анализу. Проводят сухое озоление образца корма (или ткани животного) при температуре не выше $600^\circ C$ с применением окислителей (см. методы озоления). Для определения марганца используют всю золу или часть полученного раствора ее. Удобно брать в 2 тигля или 2 стакана по 5—10 мл раствора золы (соответствует 0,5—1 г сухого корма; 3—5 г сырой ткани печени*). Раствор золы выпаривают досуха на водяной, воздушной или песчаной бане. Сухой остаток 2—3 раза смачивают раствором полуконцентрированной азотной кислоты (1 : 1) для перевода хлоридов в нитраты и окисления восстановителей. Азотной кислотой смачивают не только золу на дне тигля, но и стенки фарфоровой чашки (тигель), на которых могут задержаться частички золы. На первую обработку расходуют 1—2 мл кислоты, на последующие — по 0,5—1 мл. Всю работу выполняют в вытяжном шкафу. Избыток азотной кислоты удаляют выпариванием. При незначительном содержании кальция (печень) сухой оста-

* Из образцов корма, богатых марганцем (сено из растений с кислых почв), можно брать на выпаривание 2—5 мл раствора золы (0,10—0,25 г корма).

ток золы можно обрабатывать разведенной (1 : 1) серной кислотой (1—2 мл). Выпаривают кислоту до появления белых паров серного ангидрида.

Реактивы и оборудование. Концентрированная и 10%-ная (по объему) азотная кислота; 5 %-ная (по объему) серная кислота; 1 %-ный раствор KJO_4 в 8,5 %-ной ортофосфорной кислоте (10 г порошка KJO_4 вносят в мерную колбу на 1000 мл, добавляют 400 мл воды и 100 мл 85 %-ной H_3PO_4 , раствор подогревают на водяной бане, доводят объем до метки дистиллированной водой и хранят в темной склянке); растворитель (окислитель) с периодатом (50 мл раствора периодата калия смешивают со 100 мл азотной кислоты и доводят объем содержимого дистиллированной водой до 1 л); тигли или фарфоровые чашки, мерные колбы на 25 мл (или мерные пробирки), пробирки вместимостью 40—50 мл, пипетки, бюретки, водяная или воздушная баня, колориметр.

Ход определения. 1. Остаток золы после обработки азотной кислотой растворяют в 5 мл 5 %-ной серной (если кальция в пробе мало) или в 10 %-ной азотной кислоте (или лучше в растворе окислителя).

2. Растворы подогревают на водяной или воздушной бане и переносят через увлажненный фильтр в пробирки на 40—50 мл (с меткой на 25 мл).

3. В тигель снова добавляют 5 мл растворителя, обмывают его стенки и сливают раствор в пробирку.

4. Обмывают тигель дистиллированной водой.

5. Приливают по 10 мл 1 %-ного раствора периодата калия (можно через фильтр). В расчете на 1 мкг марганца должно приходиться не менее 300 мкг периодата.

6. Пробирки ставят на водяную баню, кипятят в течение 1 ч, затем охлаждают, при необходимости переливают в мерные колбы на 25 мл и доводят дистиллированной водой объем содержимого до метки. Содержимое пробирок тщательно перемешивают.

7. Окрашенные растворы колориметрируют через 30—60 мин, сопоставляя интенсивность окраски со стандартным раствором марганца. Принцип расчета при использовании визуального колориметра приведен при определении фосфора.

В качестве «нулевого» компенсационного раствора при использовании фотоколориметра применяют 10 %-ный раствор кислот (азотной или серной) или растворитель — воду и периодат калия (10 мл + 5 мл + 10 мл). Колориметри-

руют с зеленым светофильтром, применяя кюветы толщиной 20 мм.

Составление калибровочной кривой. Стандартный раствор марганца готовят из точного 0,1 н. раствора KMnO_4 . Один миллилитр 0,1 н. раствора KMnO_4 соответствует 1098,8 мкг марганца (раствор № 1). В мерную колбу на 100 мл берут 9,1 мл 0,1 н. раствора, приливают 30 мл дистиллированной воды, подкисляют несколькими каплями серной кислоты и доводят объем содержимого до метки (в 1 мл этого раствора будет содержаться 100 мкг марганца; раствор № 2). Соответствующим разведением содержимого колбы готовят растворы, содержащие в 1 мл 2 и 10 мкг марганца (раствор № 2 разводят в 50 и 10 раз).

Для составления калибровочной шкалы в мерные колбы на 25 мл (или мерные пробирки) вливают стандартный раствор, содержащий 2, 4, 6, 8, 10, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 80, 100, 120, 150 мкг марганца. Объем содержимого в колбах разведенной серной или азотной кислотой или растворителем доводят до 15 мл, после чего в колбы (мерные пробирки) приливают по 10 мл периодата калия. Далее поступают так же, как описано на странице 111. После охлаждения содержимого доводят объем его в колбах (пробирках) до метки 25 мл. Таким образом, в 1 мл раствора будет содержаться соответственно 0,08; 0,16; 0,24; 0,32; 0,4; 0,8; 1,0; 1,2; 1,6; 2,0; 2,4; 3,2; 4,0; 4,8; 6,0 мкг марганца.

Серию стандартных растворов готовят не менее трех раз. Всю работу ведут с параллельными определениями. Количество марганца рассчитывают по формуле

$$x = \frac{K \cdot V}{V_1 \cdot b},$$

где x — содержание марганца в корме или ткани животного, мкг/г или мг/кг; K — содержание марганца во взятом для колориметрирования объеме раствора зола (находят по стандартной шкале данного колориметра); V — объем раствора зола, мл; V_1 — объем раствора зола, взятый для колориметрирования, мл; b — масса корма, г.

Поступление марганца в растения зависит от содержания его в почвах. Марганец щелочных почв, особенно богатых гумусом, менее доступен растениям, чем марганец кислых почв. Известкование почв понижает содержание усвояемого растениями марганца. Бедны марганцем сероземы пустынь, опесчаненные подзолы. От недостатка марганца в кормах чаще страдает птица, особенно молодняк. Усвояемость этого

микроэлемента снижается при избытке в рационе кальция, фосфора и железа. Критическим считают содержание в 1 кг сухого вещества рациона 12—20 мг марганца. Марганец депонируется в печени, костях и яичниках животных. Содержание его в тканях отражает концентрацию в рационе.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ

С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ НАТРИЯ

В слабокислой или аммиачной среде (рН 7—10) диэтилдитиокарбамат натрия образует с медью интенсивно окрашенные в коричневый цвет комплексные соединения (хелаты), не растворимые в воде, которые могут экстрагироваться различными органическими растворителями (хлороформ, четыреххлористый углерод, амиловый спирт, ксилол, амилацетат). Отрицательное влияние железа, марганца, никеля и кобальта предупреждается комплексообразованием с помощью трилона Б. Последнего при этом должно быть примерно в 10 раз больше суммарного содержания указанных выше элементов. Приливая к раствору повышенное количество трилона Б и цитрата, можно допустить увеличение содержания железа, никеля, кобальта и марганца в исследуемых пробах. Кальций и магний в аммиачной среде образуют с трилоном Б растворимые в воде комплексы и в осадок не выпадают, однако значительные концентрации кальция и фосфатов [20 мг Са + 25 мг $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$] приводят к образованию мутного раствора и к получению неправильных результатов анализа.

Для экстракции комплекса меди предпочитают применять четыреххлористый углевод или хлороформ. Окраска экстрактов устойчива в темноте. Аналитические операции при использовании четыреххлористого углерода следует выполнять при ослабленном дневном или искусственном свете. Хлороформ имеет преимущество перед четыреххлористым углеродом, так как растворимость карбамата меди в нем большая. Однако он отличается повышенной летучестью и растворяется в воде. Максимум светопоглощения диэтилдитиокарбамата меди соответствует длине световой волны около 435 нм. Чувствительность цветной реакции меди с диэтилдитиокарбаматом натрия — 0,5 мкг/мл.

Реактивы и оборудование. 1%-ный раствор диэтилдитиокарбамата (1 г диэтилдитиокарбамата натрия растворяют в 100 мл горячей кипяченой дистиллированной воды, затем раствор медленно охлаждают); раствор трилона Б и

лимоннокислого аммония (5 г трилона Б и 20 г лимоннокислого аммония растворяют в 100 мл дистиллированной воды, после чего раствор фильтруют); гидроокись аммония (NH_4OH ; 1 : 1); концентрированная соляная кислота и 0,1 н. ее раствор; четыреххлористый углерод (х. ч. или ч. д. а. Если чистота не определена, его взбалтывают с крепкой серной кислотой, промывают водой, осушают едким натром и перегоняют); индикатор тимолблау или крезолрот; дистиллированная вода (без следов меди); 0,01 н. серная кислота; стандартный раствор меди * (с содержанием 100 мкг ее в 1 мл) и более слабый раствор (2 мкг меди в 1 мл; разбавляют 0,1 н. соляной кислотой стандартный раствор); мерные колбы, тигли, делительные воронки вместимостью 75—100 мл, пипетки, бюретки, пробирки с притертыми пробками, муфельная печь, фотоэлектроколориметр, водяная баня, электроплитка.

Ход определения. 1. В делительную воронку вливают 5—10—20 мл анализируемого раствора (эквивалентно 0,5—1,2 г сухого вещества корма, 20—30 г мочи), содержащего не более 25 мкг меди, и доводят дистиллированной водой его объем до 20 мл.

2. Туда же добавляют 5 мл (при высоком содержании железа и кальция 10 мл) смеси раствора трилона Б и лимоннокислого аммония и 2—3 капли индикатора.

3. Содержимое нейтрализуют раствором аммиака до pH 8,5—8,8 (синие-зеленая окраска раствора по тимолблау или красная по крезолроту) и доводят объем раствора в делительной воронке до 30 мл (с точностью ± 1 мл).

4. Затем вливают туда же 2 мл 1 %-ного раствора диэтилдитиокарбамата, 5 мл четыреххлористого углерода, закрывают делительную воронку пробкой и энергично встряхивают в течение 2 мин. Если в пробах содержится очень много меди, то объем анализируемого раствора нужно уменьшить или приливать в раствор 10 мл четыреххлористого углерода (при использовании CCl_4 , х. ч., растворы бывают почти всегда прозрачные).

* 0,1964 г прозрачных невыветрившихся кристаллов $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в воде, прибавляют соляную кислоту до конечной (примерно 0,1 н.) концентрации и затем разбавляют до 500 мл. Стандартный раствор меди можно изготовить также из металлической электролизной меди особой чистоты, растворяя последнюю в небольшом избытке азотной кислоты (1 : 1). Затем раствор разбавляют водой, кипятят до полного удаления окислов азота и доводят до определенного уровня объема 0,1 н. соляной кислотой.

5. После отстаивания экстракт из делительной воронки сливают, фильтруют через высушенную гигроскопическую вату в сухую пробирку с притертой пробкой (особенно если раствор мутный). Пробирки с экстрактом ставят в темное место и выдерживают там до тех пор, пока вся партия проб не будет готова к фотометрии.

6. Окраску экстракта с помощью фотометра или колориметра сравнивают по интенсивности с окраской стандартного раствора и вычисляют содержание меди в исследуемом образце.

Приготовление стандартной шкалы растворов меди. В делительные воронки вливают стандартный раствор из расчета последующего общего содержания в воронках 2, 5, 8, 10, 15, 20, 25 мкг меди, после чего дистиллированной водой доводят объем содержимого до 30 мл. Далее поступают так, как описано при изложении хода анализа. Таким образом получают стандартную шкалу, растворы четыреххлористого углерода которой содержат (в 1 мл) соответственно 0,4; 1; 1,6; 2; 3; 4 и 5 мкг меди (при объеме четыреххлористого углерода, равном 5 мл). При использовании 10 мл четыреххлористого углерода можно определить в пробе корма, взятого на анализ, до 50 мкг меди.

При фотометрировании в качестве компенсационного употребляют раствор, приготовленный со всеми вышеупомянутыми реактивами, но без раствора меди.

Полученные желтые растворы имеют максимум абсорбции света при длине волны 435 нм, поэтому при фотометрировании необходимо применять синий светофильтр и кювету толщиной 5—10 мм.

Примечания: 1. Одна порция четыреххлористого углерода не экстрагирует весь диэтилдитиокарбамат меди. Однако это не имеет значения, если при построении калибровочной кривой взяты приблизительно одинаковые объемы (в пределах 5 %) анализируемого и стандартного растворов и встряхивают содержимое достаточно энергично и долго (не менее 2 мин). При двух экстракциях можно встряхивать по 1 мин.

2. Разработаны методики, в которых вместо диэтилдитиокарбамата натрия применяют дибензилдитиокарбамат цинка или диэтилдитиокарбамат свинца. Эти реагенты допускают присутствие в анализируемом растворе больших количеств железа, никеля, кобальта, марганца, алюминия и др.

3. Для проверки чистоты реактивов, посуды и воды всегда ставят «холостой» опыт (без раствора золы).

4. Принцип расчета содержания меди в кормах тот же, что и при определении фосфора.

Содержание меди в растениях зависит от вида почвы. Особенно бедны медью почвы опесчаненные, дерново-подзолистые, торфяные, болотные. Сероземы, черноземы и каштановые почвы содержат достаточное количество меди, а красноземы богаты ею. Нормальным считается содержание в 1 кг сухого вещества корма 6—12 мг меди. Бедные медью растения содержат ее в 1 кг сухого вещества 1—3 мг. Особенно чувствительны к недостатку меди овцы, крупный рогатый скот и свиньи. Основное депо меди — печень.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОБАЛЬТА

Незначительные концентрации кобальта в тканях растений и животных устанавливают колориметрическими методами, основанными на образовании окрашенных комплексных соединений кобальта с нитрозо-*R*-солью, нитрозонафтолами и пиридилазосоединениями. Для устранения возможного отрицательного действия железа, меди и никеля рекомендуется выделять кобальт экстракцией его дитизоната. Согласно имеющимся данным, 1 мкг кобальта в исследуемом образце можно обнаружить в присутствии 100 мкг меди и 1000 мкг железа. При большем содержании меди и железа их следует предварительно удалить.

Определение кобальта с нитрозо-*R*-солью. *Реактивы и оборудование:* 0,1 %-ный водный раствор нитрозо-*R*-соли (1 мг реагента в 1 мл; хранить в склянке из темного стекла); стандартный раствор кобальта.

Для приготовления стандартного раствора, в 1 мл которого содержится 1 мг кобальта, можно использовать одну из следующих солей кобальта, г: кобальт сернистый (CoSO_4) — 2,6299, кобальт хлористый $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ — 4,0372, кобальт азотнокислый $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ — 4,9381.

Одну из этих солей кобальта (в виде кристаллов) помещают в мерную колбу на 1000 мл и растворяют в дистиллированной воде. Затем добавляют 2 мл соответствующей кислоты и доводят объем раствора до метки. Стандартные растворы меньшей концентрации (1 и 5 мкг в 1 мл) готовят путем соответствующего разбавления основного раствора; азотная кислота концентрированная и разбавленная (1 : 1); соляная кислота концентрированная и разбавленная

(1 : 1 и 1 : 10); 40 %-ный раствор уксуснокислого натрия (масса/объем); индикатор бромкрезол зеленый и универсальная индикаторная бумага; фарфоровые тигли, химические стаканы, бюретки и пипетки разной вместимости, мерные колбы на 25 и 50 мл.

При определении кобальта с нитрозо-*R*-солью в ацетатной среде допустимо присутствие в исследуемом растворе 1,0 мг железа и 0,1 мг меди, если колориметрирование проводят при длине волны 500—550 нм. В этом случае можно исследовать корма без освобождения их от примесей железа и меди.

Ход определения: 1. Раствор золы, содержащий 1—10 мкг кобальта, упаривают на воздушной или песчаной бане почти досуха. К остатку добавляют 1 мл концентрированной азотной кислоты и продолжают упаривать почти досуха для окисления возможно присутствующего в осадке двухвалентного железа.

2. Осадок растворяют в смеси 5 мл воды, 1 мл разбавленной (1 : 1) соляной кислоты и 1 мл разбавленной азотной кислоты. При необходимости раствор кипятят несколько минут. Если в корме много солей кальция, объемы кислот могут быть увеличены в 2—3 раза. Для предупреждения разбрызгивания растворов при кипячении в химический стакан целесообразно положить фарфоровую или стеклянную трубочку.

3. Добавляют в содержимое 2 мл раствора нитрозо-*R*-соли (точно) и 4 мл водного раствора ацетата натрия. На этой стадии раствор должен иметь рН, близкую к 5,5. Кислотность раствора можно проверить, взяв небольшую каплю раствора и установив ее рН с помощью индикатора бромкрезол зеленого или по универсальной индикаторной бумаге. Далее раствор выдерживают 3 мин.

4. Раствор кипятят в течение 1 мин, чтобы образовался комплекс кобальта и нитрозо-*R*-соли.

5. Приливают в содержимое 2 мл полуконцентрированной азотной кислоты и снова кипятят 1 мин для разрушения окрашенных соединений железа, меди и никеля (при наличии большого осадка солей кальция можно добавить 3—4 мл кислоты).

6. Стаканы с испытуемыми растворами охлаждают в темноте до комнатной температуры.

7. Содержимое переливают в мерную колбу (или пробирку на 25 мл) и доводят ее объем до метки дистиллированной водой.

8. Колориметрируют растворы на электрофотоколориметре с синим (при 420 нм) или светло-зеленым светофильтром при 500—550 нм (в присутствии железа 2 мг и более). Используют кюветы с толщиной просвечивающего слоя 5 см.

Примечания: 1. В голубой области спектра часть свет поглощает железо, если этот металл не удален. При длине волны 500—550 нм ошибка из-за присутствия железа, дающего в растворе желтую окраску, сводится до минимума. 2. Если раствор непрозрачен, его фильтруют и затем измеряют интенсивность окраски.

9. Интенсивность окраски полученного раствора сравнивают с окраской приготовленного при тех же условиях стандартного раствора и вычисляют содержание кобальта в кормах или биологических объектах.

10. При фотометрировании испытуемых растворов в качестве компенсационного для установки «0» прибора употребляют раствор, приготовленный также со всеми упомянутыми выше реактивами, но без раствора кобальта (и без раствора зола).

Приготовление стандартной шкалы кобальта. В химические стаканы емкостью 100 мл вносят стандартный раствор кобальта из расчета последующего содержания в стаканах: 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 5; 10; 15 и 20 мкг и доводят объем дистиллированной водой до 10 мл и далее поступают так, как описано при изложении хода анализа. Таким образом получают стандартную шкалу, растворы которой в 1 мл содержат соответственно 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60 и 0,80 мкг кобальта.

Кобальтом богаты черноземы. Бедны им подзолистые песчаные, кислые торфянистые, выщелоченные лесные засоленные почвы и сероземы. Известкование препятствует использованию растениями кобальта, а внесение в почву суперфосфата, наоборот, способствует его усвоению. Бобовые растения содержат больше кобальта (0,25—0,70 мг в 1 кг сухого вещества), чем злаковые (0,08—0,26 мг в 1 кг сухого вещества).

Главная масса кобальта откладывается в скелетных мышцах, поджелудочной железе, печени, селезенке, легких крови животных. Обогащены кобальтом железы внутренней секреции и плацента. В крови и тканях животных содержится незначительное его количество. Поэтому на основании химического анализа крови или органов больных животных не всегда можно ставить диагноз на отсутствие

кобальта; надо проводить анализ кормов и почв. Резкие симптомы кобальтовой недостаточности у крупного рогатого скота проявляются при содержании в 1 кг сухого вещества корма 0,04 мг, а у овец — 0,07 мг кобальта.

Определение кобальта с ПААФ. Метод основан на получении окрашенного комплекса кобальта с 2-(2-пиридилазо)-5-диэтил-метааминофенолом (ПААФ) при pH 5, последующей экстракции его хлороформом и измерении оптической плотности экстракта на фотоэлектроколориметре. Для устранения влияния других микроэлементов, реагирующих с ПААФ, их окрашенные комплексы разрушают серной кислотой. Реакция среды (pH 5), необходимая для образования соединений кобальта с ПААФ, создается путем добавления к кислому раствору зола цитрата и ацетата натрия. Цитрат натрия одновременно препятствует выпадению из раствора осадка полуторных окислов и фосфатов.

Реактивы и оборудование: 0,05 %-ный спиртовой раствор ПААФ (0,05 г реактива растворяют в 100 мл этилового спирта в мерной колбе, реактив устойчив); натрий лимоннокислый, 20 %-ный раствор; натрий уксуснокислый, 40 %-ный раствор (400 г соли растворяют в бидистиллированной воде, доводят объем до 1 л); серная кислота, 10 н. раствор. К бидистиллированной воде осторожно приливают 280 мл H_2SO_4 (пл. 1,84 г/см³) и доводят объем водой до 1 л; соляная кислота, 0,3 н. раствор (50 мл 20 %-ной перегнанной HCl разбавляют бидистиллированной водой до 1 л); хлороформ — ГОСТ 3160—51, ч. д. а.; вода бидистиллированная; стандартные растворы кобальта: основной (запасной) с содержанием кобальта 100 мкг/мл (см. выше) и рабочие растворы с концентрацией кобальта в 1 мл 0,2; 0,4; 0,8; 1; 1,5 и 2 мкг. Для приготовления шкалы в делительные воронки вносят по 1 мл рабочих растворов кобальта и по 9 мл 0,3 н. раствора HCl. Далее поступают так же, как с испытуемыми растворами; мерные колбы вместимостью 100 и 1000 мл; воронки делительные вместимостью 50 мл; пипетки разной вместимости или дозаторы; бюретки со стеклянными кранами или дозаторы для хлороформа и серной кислоты; колориметр или спектрофотометр.

Ход определения. 1. В делительную воронку отбирают пипеткой 10 мл раствора зола (соответствует 2 г корма и более).

2. К испытуемому раствору зола приливают 2,5 мл раствора натрия цитрата, перемешивают и далее добавляют 2,5 мл натрия ацетата; тщательно перемешивают растворы.

3. Приливают 2 мл 0,05 %-ного раствора ПААФ, содержащее в делительной воронке перемешивают.

4. Через 10 мин приливают 10 мл 10 н. серной кислоты, содержащее перемешивают.

5. Вносят из бюретки 5 мл хлороформа и встряхивают делительную воронку в течение 1 мин.

6. После разделения фаз нижний слой сливают непосредственно в кювету колориметра с толщиной просвечивающего слоя 3 см.

7. Интенсивность окраски хлороформенных экстрактов измеряют на спектрофотометре или на фотоколориметре при длине волны 570 нм относительно нулевого раствора шкалы (хлороформенный экстракт, полученный при встряхивании смеси всех используемых реактивов без раствора золы).

8. Количество кобальта в анализируемом объеме раствора золы находят по калибровочному графику и рассчитывают его содержание в корме по формуле

$$C_0 \text{ (мкг/г)} = \frac{a \cdot V}{V_1 \cdot H},$$

где a — количество C_0 , найденное по стандартной шкале в исследуемом объеме раствора золы, мкг; V — общий объем раствора золы корма, мл; V_1 — объем раствора золы корма, взятый для анализа, мл; H — навеска корма, г.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АТОМНОГО АБСОРБЦИОННОГО СПЕКТРОФОТОМЕТРА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ

Методом атомной абсорбции можно определить в растворах золы корма марганец, медь, цинк, кадмий, кобальт, никель, свинец, железо и ряд макроэлементов. Определение кобальта требует предварительного концентрирования и отделения от сопутствующих элементов.

Атомно-абсорбционный метод определения основан на селективном поглощении световой энергии свободными атомами изучаемого элемента.

Для перевода элемента в атомарное состояние используют пламя, распыляя в него раствор золы корма или стандартные растворы с известным содержанием исследуемых элементов. Сравнивают величину поглощения световой энергии испытуемым и стандартными растворами определяемых элементов. Связь между оптической плотностью поглощающего слоя пламени (D) и концентрацией элемента

в растворе (C) выражается зависимостью

$$D = K \cdot I \cdot C,$$

где K — коэффициент, зависящий от длины волны света; I — длина поглощающего слоя.

В настоящее время для определения минеральных элементов в лабораториях широко используют атомные абсорбционные спектрофотометры типа AAS, AASIN, Perkin Elmer, модель 303 и другие.

При проведении анализа испытуемые или стандартные растворы распыляются, и полученный аэрозоль подается в ацетилено-воздушное или ацетилено-закисно-азотное или пропан-бутан-воздушное пламя.

Необходимую для поглощения резонансную линию получают от лампы с полым катодом, который изготовлен из определяемого элемента. Ослабленный в результате атомного поглощения световой поток излучателя проходит дифракционный монохроматор и попадает на фотоприемник. После усиления полученный сигнал подвергается фазочувствительному детектированию и показывается измерительным прибором. Режим работы на атомном абсорбционном спектрофотометре зависит от типа прибора и описывается в инструкции, прилагаемой к прибору.

При подготовке к работе устанавливают длину волны и оптимальные рабочие параметры прибора, то есть ширину щели монохроматора, разрядный ток лампы с полым катодом, давление горючего газа и воздуха и другое. Нулевую позицию шкалы прибора устанавливают с помощью соответствующей контрольной пробы.

Чувствительность метода атомно-абсорбционной спектрофотометрии зависит от типа используемого спектрофотометра. Ориентировочные величины чувствительности для растворов зола на разных приборах следующие, мкг/мл: медь — 0,07—0,15, цинк — 0,01—0,025, марганец — 0,05—0,1, железо — 0,05—0,15, кобальт — 0,06—0,2, свинец — 0,09—0,7, кадмий — 0,01—0,04.

При определении микроэлементов особое внимание следует обращать на качество реактивов, воды и посуды, используемых в анализе. Все должно быть проверено на загрязненность определяемым микроэлементом. Средством обнаружения загрязнений и их учета при анализе является проведение холостого опыта, включающего все стадии определения.

При определении микроэлементов на приборе рекомендуется использовать аналитические линии со следующей длиной волны, нм: медь — 324,75, цинк — 213,9, марганец — 279,5, железо — 248,4, кобальт — 240,7, кадмий — 228,3, свинец — 283,3.

Центральный институт агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО) разработал «Методические условия по атомно-абсорбционному определению микроэлементов в вытяжках из почв и в растворах зол кормов и растений», в которых приведены методики подготовки проб к анализу, приготовление стандартных растворов отдельных элементов и смешанного образцового стандартного раствора, а также буферных растворов, способы очистки реактивов.

ПЕРЕСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА КОРМОВ

Пересчет данных анализа на корм натуральной влажности. Химическому анализу подвергают обычно пробу воздушно-сухого корма. Полученные в результате этого показатели следует пересчитать на корм натуральной (в условиях его хранения в хозяйстве) влажности (если анализировали образец корма без предварительного высушивания, то показатели анализа не пересчитывают). Формула для такого пересчета

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

где x — содержание определяемого вещества в корме при натуральной влажности, %; a — содержание определяемого вещества в воздушно-сухом корме, %; B — первоначальная влажность анализируемого корма, %; $100 - B$ — содержание воздушно-сухого вещества в 100 г корма при натуральной влажности, г.

Пример. Влажность кукурузного силоса равна 75 %. Согласно результатам анализа силоса в воздушно-сухом состоянии, сырого протеина в нем содержится 9,6 % (a). Сколько сырого протеина будет содержаться в корме при натуральной влажности?

При первоначальной влажности корма, равной 75 %, в 100 г его будет содержаться 25 г воздушно-сухого вещества ($100 - 75 = 25$; $100 - B$). Поскольку в 100 г воздушно-сухого корма содержится 9,6 г сырого протеина, то в 25 г

воздушно-сухого корма протеина будет содержаться 2,4 г
($x = \frac{25 \cdot 9,6}{100}$).

Следовательно, в 25 г воздушно-сухого корма, что соответствует 100 г натурального влажного силоса, содержится 2,4 г сырого протеина, то есть 2,4 %.

Аналогичным образом пересчитывают другие питательные вещества и гигроскопическую воду.

Вычисление всей влаги и сухого вещества корма. Общее количество воды в корме находят сложением показателя первоначальной влажности корма и количества гигроскопической воды, содержащейся в 100 г корма при натуральной влажности.

Пример. Первоначальная влажность кукурузного силоса равна 75 % (В), гигроскопической воды в воздушно-сухом корме содержится 8 % (а). Следовательно, гигроскопической воды в корме при натуральной влажности содержится

$$\frac{8 \cdot (100 - 75)}{100} = 2 \text{ \%}.$$

Отсюда всего воды в силосе будет содержаться $75 + 2 = 77 \text{ \%}$, а абсолютно сухого вещества — $23 \text{ \%}$ ($100 - 77$).

Пересчет данных анализа на абсолютно сухое вещество корма. Для сравнения между собой кормов, выращенных при разной технологии, необходимо рассчитать количество питательных веществ в абсолютно сухом корме по следующей формуле:

$$x = \frac{a \cdot 100}{100 - \Gamma},$$

где x — содержание вещества в абсолютно сухом корме, %; a — содержание питательного вещества в воздушно-сухом корме, %; 100 — коэффициент; Γ — содержание в исследуемом корме гигроскопической воды, %; $100 - \Gamma$ — содержание абсолютно сухого вещества в 100 г воздушно-сухого корма, %.

Пример. Сырой зола в воздушно-сухом корме содержится 6,5 %, гигроскопической воды — 7,5 %. Подставив эти данные в формулу, получим

$$x = \frac{6,5 \cdot 100}{100 - 7,5} = 7,02 \text{ \%}.$$

Таким образом, сырой зола в абсолютно сухом веществе корма будет содержаться 7,02 %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ ЦЕННОСТИ КОРМОВ С ПОМОЩЬЮ КАЛОРИМЕТРА

УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ КАЛОРИМЕТРА

Оценка питательности кормов по содержанию обменной энергии требует определения количества энергии, поступившей в организм с кормом и выделенной из организма с калом и мочой (для лошадей и свиней) или с пометом (для птицы). Энергетическую ценность образца корма определяют при сжигании его в калориметре в кислородной среде под давлением 25 атм. Выделенное при сгорании тепло улавливается водой, находящейся в калориметрическом сосуде, и контролируется термометром. Повышение температуры выражают в тепловых единицах — калориях (джоулях* — Дж или килоджоулях — кДж). Количество тепла, необходимое для нагревания на 1°C 1 г воды, имеющей температуру $14,5^{\circ}\text{C}$, называется малой калорией (кал). Большая калория (ккал) — количество тепла, необходимое для нагревания 1 кг воды на 1°C .

Необходимое оборудование, посуда, реактивы. Калориметр, пресс для приготовления брикетов (таблеток); манометр; баллон с кислородом; технические весы; секундомер или специальные часы; химические стаканы на 100 мл; мерные цилиндры на 25 мл; стеклянные палочки длиной 20—25 см; две склянки для дистиллированной воды на 3000 мл; склянки на 2000—3000 мл; 0,1 н. раствор NaOH; метилоранж (или другой индикатор).

Устройство калориметра. Калориметр (рис. 8) состоит из наружной оболочки, калориметрического сосуда, калориметрической бомбы, мешалки, термометра Бекмана, электромотора и распределительного щита.

Наружная оболочка — термостат калориметра — представляет собой двустенный сосуд с двойным дном, наполненный водой комнатной температуры. Закрывается он крышкой из двух половин с тремя отверстиями (для термометра, мешалки и токопроводов). На оболочке установлены две стойки: на одной имеется пружинный держатель для термометра, на другой — для лупы. Термостат предназначен для защиты калориметрического сосуда от потерь тепла во время проведения опыта. Калориметрический сосуд

* 1 кал равна 4,1868 Дж (1 ккал — 4,1868 кДж) энергии.

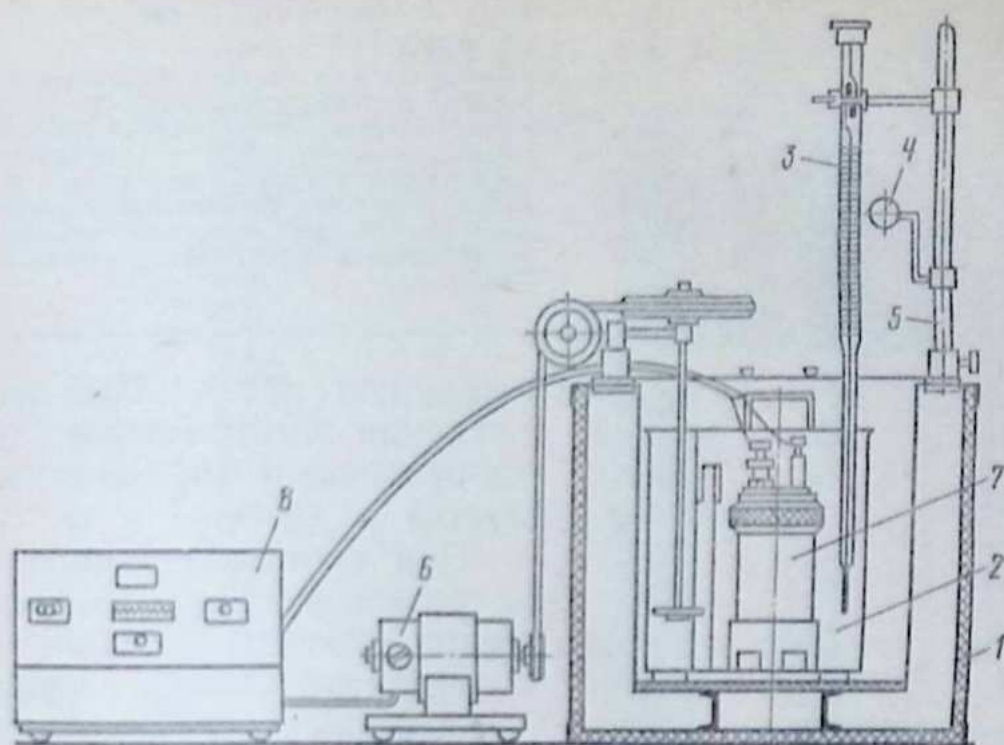


Рис. 8. Схема калориметра с приспособлениями:

1 — наружная оболочка; 2 — сосуд калориметра; 3 — термометр Бекмана; 4 — лупа; 5 — стойки для прикрепления лупы и термометра; 6 — электромотор; 7 — калориметрическая бомба; 8 — распределительный щит

(ведро), наполненный определенным (взвешенным) количеством воды (температура ее на $1,5-2^{\circ}\text{C}$ ниже комнатной), ставят внутри термостата на прокладку из теплоизоляционного материала. Главная часть прибора — калориметрическая бомба (рис. 9), в кислородной среде которой сжигается исследуемое вещество. Она представляет собой толсто-стенный цилиндрический сосуд из антикоррозийной стали вместимостью около 300 мл с герметично закрывающейся крышкой. Крышка бомбы оборудована двумя клапанами: входным, заканчивающимся трубкой, доходящей почти до дна бомбы и необходимой для заполнения ее кислородом. Эта трубка одновременно служит электродом. Через другой клапан выпускают воздух при заполнении бомбы кислородом, а также газы, образующиеся при сжигании вещества. Клапаны закрываются винтами. Через крышку бомбы проходит второй электрод, изогнутый в кольцо, в котором размещается платиновый или кварцевый тигель (чашечка) с навеской вещества. Два электрода соединяются между собой запальным проводом (тонкая железная проволока), проходящим через таблетку испытуемого вещества (если для сжигания вещества не используют хлопчато-

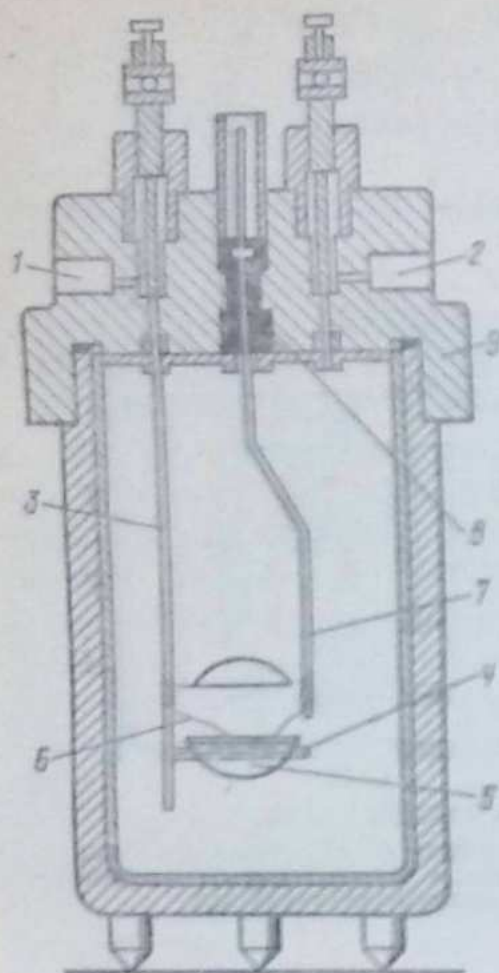


Рис. 9. Калориметрическая бомба в разрезе:

1 — вентиль для впуска кислорода; 2 — вентиль для выпуска продуктов сгорания; 3 — трубка для ввода кислорода, служащая электродом; 4 — кольцо для закрепления тигля; 5 — тигель для сжигания вещества; 6 — запальная проволока; 7 — стержень — второй электрод; 8 — асбестовая прокладка; 9 — крышка бомбы

бумажную нить). При пропускании электрического тока происходит сжигание вещества в тигле.

При сжигании в калориметрической бомбе вещества важно с большой точностью определить разность температур в этот период, для чего используют термометр Бекмана, указывающий температуру в пределах $16-25^{\circ}\text{C}$ (рис. 10). Термометр Бекмана состоит из большого резервуара с ртутью, капилляра очень малого радиуса, дополнительно-

го резервуара для ртути у верхней его части. На обычно очень длинной (около 5 см на 1°C) шкале термометра нанесены деления от 0 до 5°C , подразделенные на сотые части градуса, причем с помощью лунки можно делать отсчеты температуры с точностью до $0,001^{\circ}\text{C}$.

Особая конструкция термометра дает возможность настроить его для разных температур. При калориметрических исследованиях температура не поднимается более чем на $3-4^{\circ}\text{C}$ (при калориметрических исследованиях температура воды не должна подниматься выше чем на $3-4^{\circ}\text{C}$, так как при более высокой температуре воды наблюдается большая потеря тепла калориметром, что может служить причиной ошибок), значит ртутный столб термометра следует установить на 0°C или несколько выше, но не более чем на $0,5^{\circ}\text{C}$, чтобы участка шкалы хватило для измерений.

Допустим, что температура воды в калориметрическом сосуде слишком низка и ртуть в термометре стоит ниже 0°C . В этом случае необходимо переместить часть ртути из верхнего резервуара в нижний, для чего берут термометр правой



Рис. 10. Термометр Бекмана:
1—нижний резервуар; 2—капилляр;
3—колесо верхнего резервуара; 4—
верхний резервуар

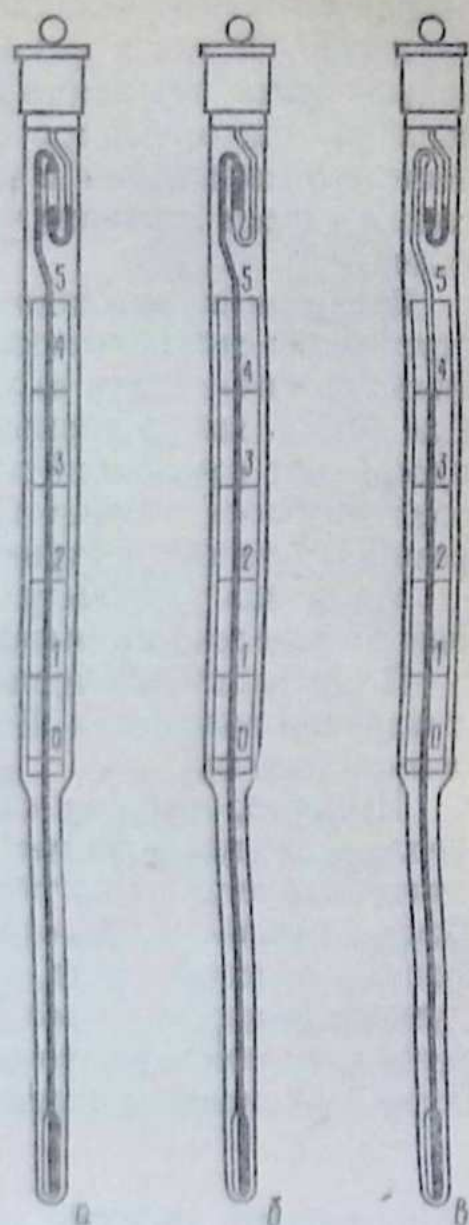


Рис. 11. Различные варианты
установки термометра Бек-
мана

рукой посередине и подогревают нижний резервуар левой рукой, пока ртуть не заполнит весь капилляр и небольшая капля ее не перейдет в верхний резервуар (рис. 11, а). Затем быстро опрокидывают термометр верхним резервуаром вниз и слегка постукивают по нему, с тем чтобы ртуть из нижней части верхнего резервуара перешла в верхнюю его часть и соединилась с выступающей каплей ртути в капилляре, после чего осторожно переводят термометр снова в прежнее положение (рис. 11, б). Далее нижний резервуар термометра помещают в воду, при этом капля ртути, соеди-

ненная с ртутью в капилляре, будет переходить в нижний резервуар. Когда в верхнем колене резервуара останется меньше ртути, термометр вынимают из воды и, держа его за верхнюю часть, быстро обрывают ртуть в капилляре, в месте его соединения с верхним резервуаром (рис. 11, в), слегка ударив верхнюю часть термометра об указательный палец.

Если при погружении в жидкость калориметра уровень ртути будет стоять гораздо выше нужного деления, необходимо перегнуть часть ее из нижнего резервуара в верхний. Для этого, вынув термометр из воды, нижний резервуар прогревают рукой или теплой водой. Затем каплю ртути, образующуюся в конце капилляра, сбрасывают в верхний резервуар легким постукиванием верхней части термометра.

Установка термометра — операция непростая, требующая определенного навыка.

После настройки термометр необходимо укрепить в вертикальном положении. В таком положении он должен находиться всегда.

Известно, что при сжигании вещества в калориметре тепло расходуется не только на нагревание воды, но и частично теряется на нагревание калориметрического сосуда, бомбы, мешалки, оболочки термометра. Чтобы определить точно количество тепла, выделившееся при сгорании исследуемого вещества, необходимо знать, сколько его поглощено калориметром, то есть определить так называемый водный эквивалент (теплоемкость) калориметра.

Определение водного эквивалента

Водный эквивалент калориметра — это количество тепла, расходуемое для нагревания калориметрической системы (калориметрического сосуда, находящейся в нем воды, калориметрической бомбы с ее содержимым и погруженных в воду частей мешалки и термометра) на 1°C . Для определения водного эквивалента в бомбе калориметра сжигают эталонную бензойную кислоту ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$), теплота сгорания 1 г которой равна 6324,4 кал (26,48 кДж). Предварительно ее в течение 2—3 дней высушивают в эксикаторе над серной кислотой. Для приготовления брикета используют 0,5—1 г бензойной кислоты. Взвешенный с точностью до 0,1 мг брикет помещают в тигель калориметра и сжигают (технику сжигания см. на странице 132). Водный эквива-

лент вычисляют по формуле

$$Q = \frac{W}{t},$$

где Q — водный эквивалент; W — общее количество выделившегося тепла; t — повышение температуры.

Пример. Масса брикета бензойной кислоты 0,7850 г; в калориметрический сосуд налито 2000 г дистиллированной воды (она должна покрывать бомбу до колпачков штуцеров). При определении водного эквивалента и тепловой энергии веществ берут одинаковое количество воды, причем, наливая в сосуд, учитывают ее массу. При сгорании бензойной кислоты температура повысилась на 2,150 °C. Теплота сгорания 1 г бензойной кислоты равна 6324,4 кал (26,48 кДж). Отсюда при сгорании 0,7850 г бензойной кислоты выделится 4946,7 кал (20,79 кДж) тепла. Теплота сгорания проволоочки 18,7 кал (0,078 кДж), теплота образования и растворения азотной кислоты 2,4 кал (0,01 кДж). Следовательно, всего выделится 4985,8 кал (20,87 кДж) тепла (4964,7+18,7+2,4). Это количество тепла выделяется при повышении температуры на 2,150 °C. В расчете же на 1 °C выделится тепла 2318,98 кал (9,71 кДж) (4985,8 : 2,150).

Водный эквивалент рассчитывают как среднее арифметическое пяти калориметрических определений, результаты которых не должны отличаться друг от друга более чем на $\pm 0,3\%$.

Водный эквивалент — величина относительно постоянная. При неизменных условиях его определяют не реже чем через 3 месяца. При соответствующих изменениях (например, при ремонте, замене частей прибора или проведении исследований в другом помещении) этот показатель определяют заново.

Поправка на теплообмен калориметра

Во время исследований калориметр может отдавать или получать некоторое количество тепла из окружающей среды. В связи с этим вычисляют поправку, которая может быть положительной, отрицательной или равной нулю, причем возможны следующие варианты: 1) в случае понижения температуры в предварительный и заключительный периоды поправка будет положительной; 2) повышение температуры в предварительный и заключительный периоды приводит к отрицательной поправке; 3) температура снижается в предварительный период и повышается в заключительный. В этом случае поправка может быть положительной, отрицательной или равной нулю; 4) температура повышается в предварительный период и понижается в заключитель-

ный, в результате чего поправка может быть положительной, отрицательной или нулевой.

Поправку на теплообмен калориметра определяют по формуле

$$\Sigma \Delta t = \frac{v - v_1}{t_1 - t} \left(\Sigma \delta r + \frac{\delta_n + \delta_0}{2} - nt \right) - (n - 1)v,$$

где n — число отсчетов температуры в течение главного периода; v — колебание температуры в начальный период в среднем за 1 мин (изменение температуры за весь период делят на число минут); v_1 — то же для заключительного периода; t — средняя температура начального периода; t_1 — средняя температура заключительного периода; δ — температура главного периода, при этом δ_n — последний отсчет, δ_0 — первый отсчет.

$$\Sigma \delta r = \delta_0 + \delta_1 + \delta_2 + \dots + \delta_{n-1} + \frac{\delta_1 - \delta_0}{9}.$$

Поправку $\pm \Sigma \Delta t$ прибавляют к наблюдавшемуся повышению температуры в главный период.

Кроме поправки на теплообмен калориметра, вводят поправки на теплоту сгорания запала (проволоки или проволоки и нити) и на теплоту, выделяющуюся при образовании кислот (азотной, серной).

При калориметрических исследованиях для запала используют железную проволоку диаметром 0,1—0,15 мм, теплота сгорания 1 г которой равна 1601 кал (6,70 кДж). Обычно берут проволоку длиной 90—100 мм при сжигании без нити и длиной 60—70 мм при сжигании посредством нити.

Зная массу сгоревшей проволоки, можно определить количество выделенного ею тепла.

Например, масса проволоки равна 0,0195 г, масса несгоревшей ее части — 0,0125 г, следовательно, сгорело 0,007 г (0,0195—0,0125). Поскольку при сгорании 1 г такой проволоки выделяется 1601 кал (6,70 кДж) тепла, то при сгорании 0,007 г выделится 11,207 кал (0,047 кДж) $\left(\frac{1601 \cdot 0,007}{1} \right)$.

При сжигании пробы посредством проволоки и нити используют воздушно-сухую хлопчатобумажную нить длиной около 50 мм, которую взвешивают с точностью до 0,1 мг. Теплота сгорания 1 г нити равна 4000 кал (16,75 кДж).

При массе нити, равной 0,003 г, выделится 12,0 кал (4000·0,003), или 0,05 кДж тепла.

Перед сжиганием веществ на дно бомбы наливают 8—10 мл дистиллированной воды для поглощения образую-

щихся при сжигании окислов. По окончании сжигания воду из бомбы переливают в стакан, бомбу ополаскивают из промывалки дистиллированной водой, последнюю выливают в тот же стакан. Затем в стакан добавляют индикатор и содержимое титруют 0,1 н. раствором едкого натра. Расчет ведут условно на азотную кислоту, зная, что 1 мл 0,1 н. раствора едкого натра соответствует 0,0063 г азотной кислоты, а при образовании 1 г ее выделяется 227 кал (0,95 кДж) тепла.

Определить с помощью калориметрической бомбы можно энергетическую ценность самых разнообразных веществ — кормов, молока, кала, мочи и т. д. Жидкие вещества предварительно высушивают в вакууме или выпаривают, а затем, как и все другие вещества, высушивают в сушильном шкафу при температуре 60—65 °С. Вещества, богатые жиром, который выдавливается при прессовании, предварительно экстрагируют серным эфиром, а после обезжиривания высушивают и размалывают. Эфирную вытяжку надо профильтровать, эфир отогнать, а жир взвесить и определить его энергетическую ценность. Затем энергетическую ценность жира и обезжиренного вещества суммируют в тех соотношениях, в которых они находятся в испытуемом веществе.

Для определения валовой энергии отвешивают около 0,8—1 г испытуемого вещества. Исключение составляют жиры, масса образца которых должна быть не более 0,5 г, поскольку они отличаются высокой энергетической ценностью.

Высушенный и измельченный в виде порошка корм сжигать нельзя, так как часть его может быть выброшена из тигля. Поэтому специальным прессом (рис. 12) из измельченного вещества готовят таблетки (брикеты), которые очищают от приставших частиц вещества и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Если брикет сжигают с помощью железной проволоки,

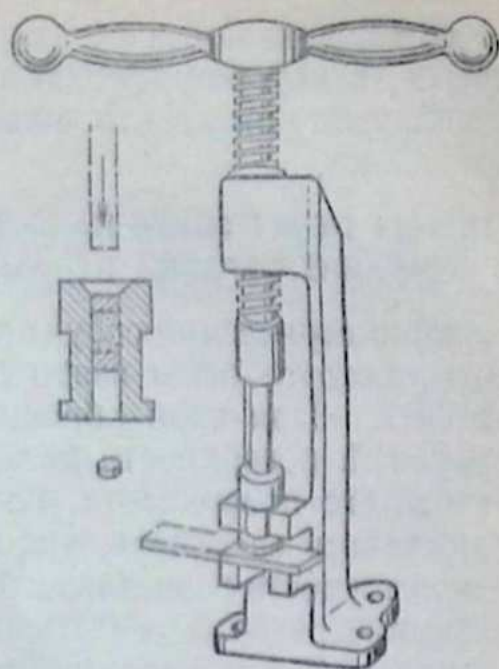


Рис. 12. Пресс для приготовления брикетов

то ее взвешивают и вставляют в прорезь конуса матрицы пресса, в котором готовят брикет. Если же для сжигания используют нить, что надежнее, то брикет готовят без проволоки.

ТЕХНИКА ПОДГОТОВКИ КАЛОРИМЕТРИЧЕСКОЙ БОМБЫ И СЖИГАНИЕ ОБРАЗЦА КОРМА

Калориметрический сосуд наполняют таким же количеством воды, которое было взято для определения водного эквивалента. При этом обращают внимание на то, чтобы на наружной поверхности калориметрического сосуда и внутренней его поверхности, находящихся выше уровня воды, не осталось ее капель, так как от испарения их во время опыта точность результатов снижается. Температура воды в калориметре должна быть на 1,5—2 °C ниже температуры комнаты. Затем калориметрический сосуд ставят на подставку в оболочку калориметра. На дно чистой и сухой бомбы наливают пипеткой 8—10 мл дистиллированной воды для растворения минеральных кислот, образующихся при сжигании брикета. Крышку бомбы устанавливают на штатив с кольцом и на кольцо токоведущего штока бомбы укрепляют тигель для брикета.

Затем один конец запальной проволоки прикрепляют к токопроводящему штифту, а другой обматывают вокруг кислородопроводящей трубки, являющейся также контактом. К середине проволоки привязывают один конец хлопчатобумажной нити, а другой ее конец опускают на дно предварительно прокаленного тигля. После этого в тигель кладут образец сбрикетированного вещества (брикет должен прижать конец нити).

Крышку калориметра с надетыми на нее резиновым и металлическим кольцами медленно погружают до упора в стакан, при этом металлическое кольцо должно быть направлено косым срезом вниз. На стакан надевают зажимное кольцо и завинчивают его до отказа. Бомбу наполняют кислородом, для чего на входной клапан навинчивают шланг от кислородного баллона, проходящий через манометр, и открывают выходной клапан (вентиль). При открытых клапанах очень осторожно начинают открывать баллон с кислородом (ток кислорода должен быть слабым). Воздух из бомбы при этом вытесняется кислородом (выходной клапан оставляют открытым на 1—2 мин). Затем выходное отверстие закрывают конусом штуцера и бомбу наполняют кислородом. Когда давление в бомбе достигнет 25 кг/см²,

что видно по показанию манометра, кран кислородного баллона закрывают, шланг от входного клапана отвинчивают (закрывается он автоматически) и на штуцера наворачивают колпаки.

Бомбу погружают в калориметрический сосуд с водой, держа ее за колпачки так, чтобы не касаться пальцами воды. Токоведущие провода присоединяют к клеммам бомбы и устанавливают мешалку так, чтобы она не задевала за бомбу или стенки сосуда. Затем устанавливают термометр, оболочку калориметра закрывают крышкой и включают мотор, приводящий в движение мешалку. После выравнивания температуры (температура калориметрической системы начинает изменяться равномерно) проводят исследование в три периода — предварительный, главный и заключительный. В течение предварительного периода, пользуясь секундомером, на протяжении 5—10 мин измеряют температуру через интервал в 1 мин. Во избежание возможной ошибки, вызванной прилипанием ртути к стенке капилляра, термометр перед каждым отсчетом постукивают деревянной палочкой, на конец которой надета резиновая трубка. Температура должна изменяться медленно, но равномерно. Этим заканчивается предварительный период.

Затем включают ток, чтобы замкнуть цепь зажигания. После включения тока лампочка на щите управления должна вспыхнуть и погаснуть (если лампочка не зажглась, значит неисправны контакты). С момента включения тока начинается главный период, в течение которого ежеминутно записывают показания термометра, пока температура не достигнет максимума, обычно через 5—6 мин после сжигания вещества. Последний отсчет температуры в предварительном периоде является первым отсчетом ее в главном периоде, а последний отсчет температуры в главном периоде — первым отсчетом ее в заключительном периоде.

С установления в главном периоде постоянной температуры начинается заключительный период, в ходе которого температуру продолжают отсчитывать в течение 5—7 мин, пока ее колебания между смежными показаниями не станут постоянными. Показания всех отсчетов заносят в журнал. Количество теплоты, выделившейся при сжигании исследуемого вещества в калориметре, вычисляют по формуле

$$x = \frac{Q(t + \Sigma \Delta t) - (b_1 + b)}{H},$$

где x — количество энергии, содержащейся в 1 г вещества (кал, Дж); Q — водный эквивалент калориметра; t — повышение темпе-

ратуры в течение главного периода; $\Sigma \Delta t$ — поправка на теплообмен калориметра; b — поправка на теплоту, выделяемую проволокой или проволокой и нитью; b_1 — поправка на теплоту, выделенную при образовании азотной кислоты; H — масса корма, взятая для сжигания, г.

По окончании опыта калориметр разбирают в следующем порядке: вынимают термометр и ставят его в штатив в вертикальном положении. Отключают от бомбы провода и вынимают мешалку. Затем, положив полотенце, чтобы капли воды не попали на дно оболочки калориметра, осторожно вынимают бомбу и обтирают ее снаружи. Поставив бомбу на стол в специальную подставку, отвинчивают колпачок выпускного штуцера, осторожно открывают штуцер и медленно выпускают из бомбы неиспользованный кислород и газообразные продукты горения. После этого отвертывают зажимное кольцо и вынимают крышку бомбы. Оставшуюся проволоку снимают и взвешивают. Далее вынимают тигель, воду из бомбы выливают в стаканчик, бомбу споласкивают дистиллированной водой, сливают воду в тот же стакан, приливают в него индикатор и оттитровывают 0,1 н. раствором едкой щелочи.

По окончании работы с бомбой ее промывают дистиллированной водой, высушивают, крышку протирают 96 % ным спиртом (для просушивания) и укрепляют на штатив. Колпачки остаются в бомбе. Из калориметрического сосуда воду выливают и его так же тщательно протирают легкой тканью.

Пример вычисления калорийности вещества (по М. Ф. Томме). Масса таблетки корма с проволокой 0,5189 г, масса проволоки 0,0333 г, масса корма, взятого для анализа, 0,4856 г, масса негоревшей проволоки 0,0222 г. На титрование азотной кислоты пошло 0,92 мл 0,1 н. раствора щелочи. Водный эквивалент калориметра 2758,8. Показания термометра Бекмана:

Период								
предварительный			главный			включительный		
Отсчет	Время от начала опыта, мин	Температура, град	Отсчет	Время от начала опыта, мин	Температура, град	Отсчет	Время от начала опыта, мин	Температура, град
1-й	0	1,643	5-й	46 ₀	1,630	11-й	10	2,407
2-й	1	1,641	6-й	56 ₁	1,993	12-й	11	2,407
3-й	2	1,636	7-й	66 ₂	2,313	13-й	12	2,408
4-й	3	1,633	8-й	7...	2,374	14-й	13	2,406
5-й	4	1,630	9-й	8...	2,388	15-й	14	2,402
—	—	—	10-й	96 (n-1)	2,403	—	—	—
—	—	—	11-й	106 _n	2,407	—	—	—

Сначала надо вычислить поправку на теплообмен калориметра по формуле

$$\Sigma \Delta t = \frac{v - v_1}{t_1 - t} \left(\Sigma \delta r + \frac{\delta_n + \delta_0}{2} - nt \right) - (n - 1) v.$$

$$v = \frac{1,630 - 1,643}{4} = \frac{-0,013}{4} = -0,00325;$$

$$t = \frac{1,643 + 1,641 + 1,636 + 1,633 + 1,630}{5} = 1,636$$

$$v_1 = \frac{2,402 - 2,407}{4} = -0,00125;$$

$$t_1 = \frac{2,407 + 2,407 + 2,408 + 2,406 + 2,402}{5} = 2,406;$$

$$v - v_1 = -0,00325 - (-0,00125) = -0,002;$$

$$t_1 - t = 2,406 - 1,636 = 0,770;$$

$$\frac{\delta_n + \delta_0}{2} = \frac{2,407 + 1,630}{2} = 2,018;$$

$$\frac{\delta_1 - \delta_0}{9} = \frac{1,993 - 1,630}{9} = 0,040;$$

$$\Sigma \delta r = 1,630 + 1,993 + 2,313 + 2,374 + 2,388 + 2,403 + 0,040 = 13,141;$$

$$nt = 7 \cdot 1,636 = 11,452;$$

$$(n - 1) v = 6 \cdot (-0,00325) = -0,019;$$

$$\Sigma \Delta t = \frac{-0,002}{0,770} \cdot (13,141 + 2,018 - 11,452) - (-0,019) = -0,0026 \cdot 3,707 + 0,019 = 0,0094.$$

Поправку эту надо прибавить к повышенной температуры в главный период. Повышение температуры в главный период равно $2,407 - 1,630 = 0,777^\circ$.

Теплота образования и растворения азотной кислоты (странице 131) — b_1 равна $0,92 \cdot 0,0063 \cdot 227 = 1,32$ кал (5,53 Дж).

Теплота сгорания железной проволоки (запала; странице 130) — b равна $0,0111 \cdot 1601 = 17,77$ кал (74,40 Дж).

Следовательно, калорийность корма равна

$$\frac{2758,8 (0,777 + 0,0094) - (1,32 + 17,77)}{0,4856} = 4428,396 \text{ кал (18,54 кДж)}.$$

Для установки калориметра нужна отдельная комната с минимальными колебаниями температуры и влажности воздуха. В ней не должны находиться нагревательные приборы и храниться баллоны горючего газа с кислородом. Калориметр, особенно его бомбу, соединительный трубопровод и манометр, необходимо защитить от загрязнения жирами (маслами). До проведения исследований калориметрическую бомбу необходимо проверить на герметичность.

* Масса сгоревшей проволоки (0,0333 г — 0,0222 г).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВАЛОВОЙ ЭНЕРГИИ КОРМА ПО ЕГО ХИМИЧЕСКОМУ СОСТАВУ

Для определения валовой энергетической ценности корма расчетным методом необходимо знать его химический состав и энергетическую ценность каждого питательного вещества (табл. 23).

23. Содержание энергии в 1 г питательных веществ

Питательные вещества	Содержится	
	ккал	кДж
Жир масличных семян	9,540	39,942
Жир животного происхождения	9,500	39,775
Жир зерновых концентратов	9,470	39,649
Эфирный экстракт грубых кормов	7,962	33,335
Протеин животного происхождения	5,700	23,865
Протеин растительного происхождения	5,636	23,597
Клетчатка сырая	4,200	17,585
Безазотистые экстрактивные вещества (БЭВ)	4,050	16,957
Углеводы:		
полисахариды	4,185	17,522
дисахариды	3,956	16,536

С большой точностью валовую энергию (Y) кормов можно рассчитать по формуле $Y = 5,72 \cdot z_1$ (протеин) + $9,50 \times z_2$ (жир) + $4,79 \times z_3$ (клетчатка) + $4,17 \cdot z_4$ (БЭВ).

При расчете по данной формуле возможна ошибка, равная $\pm 0,9\%$.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА КОРМОВ В ПРАКТИКЕ КОРМЛЕНИЯ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ЖИВОТНЫХ

Химический состав кормов зависит от многих факторов: почвенно-климатических условий произрастания, вида, сорта и фазы вегетации растений, технологии приготовления и заготовки корма, условий и продолжительности хранения. Химический состав и питательность кормов изменяются по годам. Очень большое влияние на эти показатели оказывают условия погоды во время вегетации растений.

Агротехнические мероприятия, в том числе вид и количество вносимых удобрений, орошение, система севооборотов существенно изменяют ботанический состав и

питательную ценность трав, зерна и семян. Так, известкование обогащает растения кальцием и приводит к снижению содержания многих микроэлементов. При внесении калийных удобрений в растениях повышается содержание калия и снижается доля кальция и магния, особенно на кислых и легких песчаных почвах. Внесение азотного или полного минерального удобрения (NPK) влияет на ботанический состав травостоя, содержание в растениях сырого протеина и аминокислот. При высоких дозах азотных удобрений (180—360—480 кг на 1 га) изменяется фракционный состав сырого протеина. Повышается в нем доля небелкового азота, особенно в злаковых травах, а также содержание нитратов. Концентрация сахара и меди, наоборот, снижается. Все это отражается на использовании питательных веществ животными и состоянии их здоровья.

К большим потерям питательных веществ и соответствующим изменениям химического состава кормов приводят несовершенство и нарушения технологии их заготовки и хранения.

Так, при полевой сушке трав на сено потери сухого вещества составляют 25—45 %, при искусственной — 4—5 %, при приготовлении сенажа — 12—18 %, силосовании — 20—30 %, химическом консервировании трав — 10—13 %. Установлено также, что в процессе сушки, особенно естественной, значительно изменяется химический состав сухого вещества: уменьшается содержание сахаров, каротина, сырого протеина и аминокислот, минеральных элементов; при силосовании заметно снижается также содержание лизина. Повышение температуры в процессе приготовления кормов влияет на содержание витаминов, аминокислот, их доступность и биологическую активность.

Данные химического состава кормов широко используются в комбикормовой промышленности, так как высококачественные, полноценные комбикорма можно приготовить только из сырья с контролируемым лабораторно содержанием необходимых элементов.

Приводимые в таблицах показатели химического состава и питательности кормов часто значительно отклоняются от фактического содержания питательных веществ. Поэтому при составлении в хозяйствах рационов и контроле полноценности кормления животных, в том числе птицы, необходимо пользоваться фактическими данными химического анализа кормов, полученными в лаборатории.

Балансирование рационов по 20—30 нормируемым показателям (вместо 5—6) с использованием при этом данных о фактическом содержании питательных веществ в кормах способствует более полному проявлению потенциальной продуктивности животных, лучшей переваримости питательных веществ рациона, повышению эффективности использования кормов и снижению их затрат на получение продукции. Зная химический состав кормов и нормы потребности животных в питании, устанавливают фактическую обеспеченность животных питательными веществами и более точно определяют вид и количество необходимых балансирующих добавок.

Высокие требования следует предъявлять не только к количеству отдельных питательных веществ, содержащихся в кормах, но также и к их качеству и доступности для организма.

При организации в хозяйствах полноценного кормления сельскохозяйственных животных необходимо контролировать их ответные реакции, используя ветеринарно-зоотехнические (продуктивность, здоровье, состояние воспроизводства, качество продукции и др.), биохимические и экономические показатели (см. Практикум по кормлению сельскохозяйственных животных. М.: Агропромиздат).

При определении содержания в рационах сухого и органического вещества, сырого протеина, аминокислот, сырой клетчатки, крахмала, сахара, сырого жира и жирных кислот, минеральных веществ и витаминов используют данные химического анализа кормов.

При составлении рационов сельскохозяйственных животных нормируют переваримый протеин. Поэтому в таких случаях, а также при анализе рационов сырой протеин следует пересчитать в переваримый, пользуясь коэффициентом переваримости. Коэффициенты переваримости питательных веществ некоторых кормов, установленные в опытах на жвачных, приведены в приложении.

П р и м е р пересчета сырого протеина в переваримый. В кукурузном силосе содержится 2,5 % сырого протеина, коэффициент его переваримости равен 60 %. Следовательно, переваримого протеина в силосе будет содержаться $\frac{2,5 \cdot 60}{100} = 1,5$ %.

Источник энергии для животных — все органические вещества кормов. Эффективность преобразования валовой энергии кормов рациона в обменную и продуктивную (чистую) энергию зависит от вида, возраста, физиологического

состояния и продуктивности животных, а также от состава и полноценности рациона, переваримости питательных веществ и др.

Энергетическую питательность кормов и рационов сельскохозяйственных животных оценивают в овсяных кормовых единицах (ОКЕ) и в мегаджоулях обменной энергии. Содержание в кормах валовой, переваримой и обменной энергии можно определять прямым методом — сжиганием кормов, кала и мочи в специальном приборе — калориметре. Методика калориметрии приведена на страницах 124—136.

Энергетическую питательность кормов в кормовых единицах или в обменной энергии можно рассчитать косвенно, используя данные химического анализа, коэффициенты переваримости питательных веществ (табличные или полученные опытным путем) и коэффициенты энергетической ценности переваримых питательных веществ. Методика такого расчета на примере отдельных кормов приведена на страницах 143—147. Ориентировочную питательность кормов в ОКЕ можно определить также экспресс-методом непосредственно в хозяйствах по содержанию сухого вещества и поправочным коэффициентам.

МЕТОДИКА РАСЧЕТА ЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ ПИТАТЕЛЬНОСТИ ЗЕЛЕННЫХ, СОЧНЫХ, ГРУБЫХ И КОНЦЕНТРИРОВАННЫХ КОРМОВ ПО СОДЕРЖАНИЮ СУХОГО ВЕЩЕСТВА И ПОПРАВОЧНЫМ КОЭФФИЦИЕНТАМ

Энергетическая питательность силоса, сенажа, зеленой массы и других кормов зависит от климата и характера почв в том или ином районе страны, условий погоды, а также от времени и способа уборки, хранения кормов и многих других факторов. Эти факторы влияют на химический состав кормов и содержание в них сухого вещества.

Для ориентировочного определения энергетической питательности кормов в кормовых единицах можно использовать экспресс-метод. Рассчитать содержание кормовых единиц в зеленых, сочных и грубых кормах можно по следующей формуле:

$$П = \frac{СВ \cdot К}{100},$$

где $П$ — питательность 1 кг корма, корм. ед.; $СВ$ — содержание сухого вещества в корме, %; $К$ — поправочный коэффициент (табл. 24).

24. Поправочные коэффициенты для расчета ОКЕ по содержанию в корме сухого вещества (данные Н. И. Белоносова, С. Я. Калмансона, Е. Г. Коноплева, Л. Г. Боярского, А. П. Дмитроченко, Е. А. Петуховой и др.)

Корма	Коэффициент	Корма	Коэффициент
Трава лугов и пастбищ			
Болотная	0,60	Культурное пастбище	0,80
Заливного луга	0,80	Лесное пастбище	0,70
Клевер — пастбище	0,85	Луговая	0,70
Клеверо-тимофеечная смесь — пастбище	0,80	Суходольное пастбище	0,80
Трава злаковая			
Ежа сборная	0,75	Просо	0,90
Житняк	0,60	Пшеница озимая зеленая	0,75
Канареечник	0,70	Райграс	0,75
Кострец безостый	0,65	Рожь озимая	0,85
Кукуруза зеленая	1,00	Суданка	0,90
Мятлик луговой	0,70	Сорго	0,90
Могар	0,70	Тимофеевка луговая	0,80
Овес зеленый	0,80	Ячмень зеленый	0,80
Овсяница луговая	0,75	Чумиза	0,70
		Смесь посевных злаковых трав	0,65
Трава бобовая и злаково-бобовых мешанок			
Бобы кормовые	0,75	Люпин	0,85
Вика	0,80	Эспарцет	0,85
Горох	0,85	Вико-овес	0,80
Клевер красный и отавя клеверная	0,85	Клевер с тимофеевкой луговой	0,80
Люцерна	0,80	Люцерна с тимофеевкой луговой	0,70
Ботва			
Брюквы	0,85	Свеклы сахарной	0,90
Картофельная	0,60	Турнепса	0,80
Моркови	0,85	Капустный лист	0,90
Свеклы кормовой	0,85	Капусты кормовой	1,00
Сено			
Злаковое (разное) и злаково-разнотравное, убранное в фазе до начала цветения (хорошее)	0,62	Люцерновое в фазе бутонизации и начала цветения	0,60
Злаковое и злаково-разнотравное в фазе цветения (хорошее)	0,55	Люцерновое в фазе полного цветения	0,50
Злаковое и злаково-разнотравное в фазе отцветания и созревания семян	0,49	Люцерновое в фазе созревания бобиков	0,35
		Бобово-злаковое в фазе бутонизации и начала цветения (хорошее, в том числе досушенное активным вентилированием)	0,70

Корма	Кoeffи- циент	Корма	Кoeffи- циент
Клеверное в фазе бутонизации и из отавы (очень хорошее)	0,73	Бобово-злаковое в фазе полного цветения	0,58
Клеверное в фазе цветения (хорошее)	0,65	Бобово-злаковое при сушке на вешалах	0,60
Клеверное полевой сушки (среднее)	0,50	Бобово-злаковое в фазе плодоношения	0,50
Солома			
Овсяная	0,35	Пшеничная	0,23
Силос			
Кукурузный	0,90	Ржи зеленой	0,70
Гороховый	0,70	Картофельный	1,40
Клеверный	0,80	Ботвы картофельной	0,45
Капусты кормовой и капустного листа	0,90	Вико-овсяный	0,70—0,75
Подсолнечный	0,70	Горохово-овсяный	0,65
Клеверо-тимофеечный	0,80	Отавно-клеверо-тимофеечный	0,70
Разнотравный и злаково-разнотравный	0,70	Травы луговой	0,70
Ботвы корнеплодов	0,70	Комбинированный с корнеплодами	1,0
Сенаж			
Из смеси многолетних трав в ранней фазе вегетации	0,75	Из клевера в фазе полного цветения	0,75
Из смеси многолетних трав в поздних фазах вегетации	0,75	Из клевера в фазе конца цветения	0,70
Из смеси злаковых в поздних фазах вегетации	0,63	Из люцерны на ранних фазах вегетации	0,80
Из клевера в фазе бутонизации — начала цветения	0,80	Из вико-овса в ранней фазе вегетации	0,80
		Из вико-овса в поздней фазе вегетации	0,70
		Из гороха с овсом	0,67
Корнеклубнеплоды и бахчевые			
Брюква и кукуруза	1,05	Свекла полусахарная	1,00
Картофель	1,40	Свекла сахарная	1,05
Клубни топинамбура	1,20	Турнепс	0,95
Клубни батата	1,35	Репка кормовая	0,95
Морковь кормовая	1,20	Арбуз кормовой	1,30
Свекла кормовая	0,95	Кабачки	0,95
		Тыква кормовая	1,25
Барда			
Зерновая	0,90	Картофельная	0,70
		Паточная	0,50

Корма	Коэффициент	Корма	Коэффициент
-------	-------------	-------	-------------

Жом, пивная дробина, мезга

Жом свежий	1,00	Пивная дробина	0,90
Жом кислый	0,80	Мезга картофельная	1,10

Пищевые остатки и кормосмеси для свиней на основе пищевых остатков

Пищевые остатки, 15—28 % сухого вещества	1,190	Кормосмеси из пищевых остатков и комбикорма, 11—22 % сухого вещества:	
		в весенне-летний период	1,077
		в осенне-зимний период	1,134

Пример расчета. В 1 кг зеленой массы клевера красного содержится 25 % сухого вещества. Поправочный коэффициент равен 0,85. Следовательно, общая питательность 1 кг зеленой массы клевера красного будет равна 0,21 корм. ед. $\frac{25 \cdot 0,85}{100}$.

Энергетическую питательность концентрированных кормов с учетом содержания в них сухого вещества рассчитывают по следующей формуле:

$$П = А \cdot \frac{В}{С},$$

где $П$ — питательность 1 кг корма с учетом его фактической влажности, корм. ед.; $А$ — содержание кормовых единиц в 1 кг корма с известной влажностью, установленное по таблице (книга «Корма СССР»); $В$ — фактическое содержание сухого вещества в корме по данным химического анализа, %; $С$ — содержание сухого вещества в корме, соответствующее определенной его энергетической питательности (по данным таблиц химического состава и питательности кормов), %.

Пример. Согласно данным таблиц, в 1 кг зерна ячменя при 15 %-ной влажности содержится 1,13 корм. ед. Фактическая влажность корма в хозяйстве оказалась равной 20 %. Следовательно, 1 кг этого зерна по общей питательности будет соответствовать 1,06 корм. ед.

$$1,13 \cdot \frac{(100 - 20)}{(100 - 15)}.$$

РАСЧЕТ ПИТАТЕЛЬНОСТИ КОРМОВ В ОВСЯНЫХ КОРМОВЫХ ЕДИНИЦАХ

Питательность кормов в овсяных кормовых единицах вычисляют путем определения по данным химического состава корма величины жиросотложения, используя коэффициенты переваримости питательных веществ и константы жиросотложения, предложенные Кельнером. Эти расчеты проводят в основном для жвачных животных. Питательность корма в кормовых единицах вычисляют следующим образом (см. табл. 28 и 29).

1. Выписывают валовое содержание питательных веществ (белка, жира, клетчатки и БЭВ в 1 кг корма по данным химического анализа корма).

2. Находят и записывают коэффициенты переваримости питательных веществ данного корма (см. приложение 2).

3. Определяют количество переваримых питательных веществ умножением питательного вещества, содержащегося в корме, на коэффициент переваримости этого вещества и последующим делением произведения на 100.

4. Рассчитывают ожидаемое жиросотложение отдельных питательных веществ корма. Для этого найденное количество переваримых белка, жира, клетчатки и БЭВ умножают на соответствующий показатель продуктивного действия чистых питательных веществ (константы жиросотложения, табл. 25).

25. Показатели продуктивного действия чистых питательных веществ, по Кельнеру

Переваримые питательные вещества	Количество жира, отложенного в организме, г
1 г переваримого белка	0,235
1 г переваримого жира грубых кормов	0,474
1 г переваримого жира зерновых и продуктов их переработки	0,526
1 г переваримого жира семян масличных и жмыхов	0,598
1 г переваримого крахмала и клетчатки	0,248

5. Определяют общее ожидаемое жиросотложение в организме животных суммированием количества жира, отложенного в результате использования всех питательных веществ.

6. Рассчитывают фактическое жиросотложение в результате усвоения организмом данного корма. Кельнером уста-

новлено несоответствие ожидаемого (рассчитанного по константам жиросотложения) и фактического (определенного на основании опытов) жиросотложения. Для зерновых кормов, побочных продуктов их переработки и корнеклубнеплодов фактическое жиросотложение определяют умножением суммарного ожидаемого жиросотложения на коэффициент относительной ценности переваримых веществ кормов (табл. 26).

26. Коэффициенты относительной ценности кормов, по Кельнеру

Корма	Коэффициент	Корма	Коэффициент
Картофель средний	1,00	Соя	0,98
Морковь	0,87	Отруби пшеничные	0,79
Свекла кормовая	0,72	Отруби ржаные	0,76
Свекла сахарная	0,76	Пивная дробина ячменная сухая	0,84
Турнепс	0,78	Барда ржаная свежая	0,87
Жом из сахарной свеклы свежий	0,94	Жмых подсолнечный	0,95
Жом сушеный	0,78	Жмых конопляный	0,89
Рожь, пшеница, овес (средние)	0,95	Жмых льняной	0,97
Ячмень, горох, бобы (средние)	0,97	Шрот льняной, обезжиренный	0,96
Кукуруза (средняя)	1,00	Молоко и кровяная мука	1,00

Для грубых кормов, травы, силоса и сенажа несоответствие ожидаемого и фактического жиросотложения связано в основном с содержанием в корме сырой клетчатки. Снижение жиросотложения в расчете на 1 г содержащейся в корме сырой клетчатки приводится в табл. 27.

27. Снижение жиросотложения при использовании грубых и зеленых кормов в зависимости от содержания в них сырой клетчатки

Корма	Содержание сырой клетчатки, %	Снижение жиросотложения в расчете на 1 г сырой клетчатки, г
Сено, солома	Любое количество	0,143
Мякина	То же	0,072
Зеленый корм и силос	16 и более	0,143
То же	От 14 до 16	0,131
»	» 12 » 14	0,119
»	» 10 » 12	0,107
»	» 8 » 10	0,094
»	» 6 » 8	0,084
»	» 4 » 6	0,077
»	» 4 и ниже	0,072

28. Пример расчета питательности 1 кг лугового сена

Показатели	Питательные вещества сена			
	белок	жир	клетчатка	БЭВ
Содержание питательных веществ в 1 кг корма, по данным химического анализа, г	76	26	256	397
Коэффициент переваримости, %	48	46	50	60
Содержание переваримых питательных веществ, г	36,48	11,96	128,0	238,2
Константа жиросотложения (табл. 25), г	0,235	0,474	0,248	0,248
Ожидаемое жиросотложение, г	8,57	5,67	31,74	59,07

Суммарное ожидаемое жиросотложение равно $8,57 + 5,67 + 31,74 + 59,09 = 105,05$ г. Снижение жиросотложения рассчитывают следующим образом. Согласно данным табл. 27, 1 г сырой клетчатки сена снижает жиросотложение на 0,143 г. В нашем примере в 1 кг лугового сена (табл. 28) содержится 256 г сырой клетчатки. Следовательно, жиросотложение снизится на 36,61 г ($256 \cdot 0,143 = 36,61$ г). Отсюда фактическое жиросотложение будет равно 68,44 г ($105,05 \text{ г} - 36,61 \text{ г}$). В результате питательность 1 кг лугового сена равна 0,456 корм. ед. ($68,44 : 150$).

Суммарное ожидаемое жиросотложение равно $16,97 + 17,88 + 6,62 + 115,00 = 156,47$ г. Так как коэффициент относительной ценности овса равен 0,95 (см. табл. 26), то фактическое жиросотложение в результате использования этого корма составит 148,65 г ($156,47 \text{ г} \times 0,95$). Следовательно, питательность 1 кг овса в данном примере (табл. 29) будет равна 0,99 корм. ед. ($148,65 : 150$).

29. Пример расчета питательности 1 кг овса

Показатели	Питательные вещества			
	белок	жир	клетчатка	БЭВ
Содержание питательных веществ в 1 кг корма, по данным химического анализа, г	95	41	99	587
Коэффициент переваримости, %	76	83	27	79
Содержание переваримых питательных веществ, г	72,2	34,0	26,7	463,7
Константа жиросотложения (табл. 25), г	0,235	0,526	0,248	0,248
Ожидаемое жиросотложение, г	16,97	17,88	6,62	115,00

Снижение жиросложения в результате использования грубых, зеленых кормов, силоса и сенажа определяют умножением количества сырой клетчатки, содержащейся в 1 кг корма, на соответствующий коэффициент. Фактическое жиросложение определяют по разности между ожидаемым жиросложением и показателем его снижения, обусловленным содержанием сырой клетчатки.

7. Определяют содержание овсяных кормовых единиц (за 1 кормовую единицу принята питательная ценность 1 кг овса, эквивалентная по продуктивному действию отложению в организме животного 150 г жира) в корме, для чего фактическое количество отложенного в организме жира делят на 150.

РАСЧЕТ ПИТАТЕЛЬНОСТИ КОРМОВ В ОБМЕННОЙ ЭНЕРГИИ

Детализированные нормы кормления сельскохозяйственных животных, опубликованные в 1985 г., предусматривают нормирование по 22—30 и более элементам питания (Нормы и рационы кормления сельскохозяйственных животных. Справочное пособие. Под редакцией академика ВАСХНИЛ А. П. Калашникова и члена-корреспондента ВАСХНИЛ Н. И. Клейменова).

В данном справочном пособии приведены состав и питательность кормов по 38 показателям, в том числе энергетическая ценность кормов выражена в овсяных кормовых единицах и в обменной энергии.

В проекте государственного стандарта предложено принять за энергетическую кормовую единицу для крупного рогатого скота 10 МДж, а для свиней, лошадей и птицы 11,5 МДж обменной энергии. После утверждения стандарта на новую энергетическую кормовую единицу его будут заменены показатели питательности кормов в овсяных кормовых единицах и обменной энергии в МДж.

Величину обменной энергии определяют по разности между валовой энергией корма и потерями энергии в кале и моче, а для жвачных животных и лошадей — и в кишечных газах (у свиней и птицы потери энергии с кишечными газами незначительны, поэтому в расчет они не принимаются).

Содержание обменной энергии в корме или рационе можно вычислить на основании данных о содержании переваримых питательных веществ. Известно, что 1 г суммы

30. Пример расчета питательности 1 кг травы лугового пастбища в обменной энергии

Показатели	Питательные вещества			
	протеин	жир	клетчатка	БЭВ

Содержание питательных веществ в 1 кг корма, по данным химического анализа, г

40 10 102 154

Коэффициент переваримости, %

62 43 58 68

Количество переваримых питательных веществ, г

24,8 4,3 59,16 104,72

Сумма переваримых питательных веществ, г

$24,8 + (4,3 \cdot 2,25) + 59,16 + 104,72 = 198,35$ г

переваримых питательных веществ (СППВ) соответствует 18,46 кДж (4,41 ккал) переваримой энергии.

Соотношение между энергией переваримых питательных веществ и обменной энергией — довольно постоянная величина: для коров — в среднем 0,82, для овец — 0,87, для лошадей — 0,92, для свиней — 0,94.

Энергия суммы переваримых питательных веществ 1 кг травы лугового пастбища будет равна 3661,54 кДж ($198,35 \times 18,46$). Умножив количество энергии СППВ на 0,82 (для коров), получим содержание обменной энергии в данном корме. В нашем примере в 1 кг травы лугового пастбища (табл. 30) содержится 3002,46 кДж, или 3,00 МДж (1 МДж = 1000 кДж), обменной энергии ($3661,54 \cdot 0,82$).

Содержание обменной энергии в кормах можно вычислить и другими методами: с помощью коэффициентов, предложенных Ж. Аксельсоном (для крупного рогатого скота) и Х. У. Титусом (для птицы).

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА СИЛОСА

Силосование — способ консервирования кормов (зеленых растений, корнеклубнеплодов, бахчевых культур, отходов овощеводства, полеводства, пищевой промышленности и др.) органическими кислотами, образующимися при сбраживании сахаров. Для успешного силосования желательны те виды брожения, в результате которых образуется молочная кислота. При накоплении значительного количества уксусной кислоты, а тем более масляной, и продуктов гниения белков качество силоса резко ухудшается.

31. Требования стандарта (ГОСТ 23638—79) к качеству силосов (извлечение)

Показатели	Из кукурузы			Из любых растений, кроме кукурузы			С применением химических консервантов		
	Характеристика и норма для классов								
	I	II	III	I	II	III	I	II	III

Содержание сухого вещества в силосе, %, не менее:

из кукурузы, 1-я зона
» 2-я »
» 3-я »
из подсолнечника, то-
пинамбура

из однолетних свежескошенных трав
из провяленных трав
из многолетних и однолетних трав и их смесей

Содержание сырого протеина в сухом веществе силоса, %, не менее:

из бобовых трав
из бобово-злаковых трав и смеси других растений с бобовыми
из злаковых трав, сорго, подсолнечника, дру-

32	30	25	—	—	—	—	} 18	15	12
25	23	21	—	—	—	—		—	—
18	15	12	—	—	—	—		—	—
—	—	—	18	15	12	12	18	15	12
—	—	—	25	20	15	15	—	—	—
—	—	—	30	30	30	30	—	—	—
—	—	—	—	—	—	—	20	18	15
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
—	—	—	14	12	10	10	15	13	11
—	—	—	12	10	8	8	13	11	9

гид растений и их смеси	10	8	8	11	9	9
Содержание каротина в сухом веществе сы- доса, мг/кг, не менее:	—	—	—	—	—	—
из кукурузы, 1-я зона	20	20	10	} 70	60	40
» 2-я »	40	30	20			
» 3-я »	40	40	40			
из любых растений	—	—	—	80	70	50
из многолетних трав	—	—	—	—	—	—
Содержание в сухом ве- ществе сырой золы в си- досе, %, не более:	10	12	15	—	—	—
из кукурузы, все зоны	—	—	—	—	—	—
из подсолнечника, то- пинамбура	—	—	—	13	15	17
из прочих растений	—	—	—	11	13	15
Концентрация водород- ных ионов (рН) в силосе:	4,0—4,3	3,9—4,3	3,8—4,5	—	—	—
из кукурузы, 1-я зона	3,9—4,3	3,8—4,3	3,8—4,5	—	—	—
» 2-я »	3,8—4,3	3,7—4,3	3,6—4,4	—	—	—
» 3-я »	—	—	—	3,9—4,3	3,9—4,3	3,8—4,3
из любых растений	—	—	—	4,5	4,3	3,7—4,5
Содержание молочной кислоты от общего ко- личества молочной, ук- сусной и масляной кис- лот, %, не менее:	55	50	40	—	—	—
из кукурузы, 1-я и 2-я зоны	—	—	—	—	—	—

Показатели	Из кукурузы			На любых растений, кроме кукурузы			С применением химических консервантов		
	Характеристика и норма для классов								
	I	II	III	I	II	III	I	II	III

из кукурузы, 3-я зона
из любых растений
Содержание масляной
кислоты в силосах, г%,
не более:

из любых растений 0,1 0,2 0,3 0,1 0,2 0,3 0,1 0,2 0,1 0,1 0,2

Запах силосов (все растения) I и II классов должен быть приятный фруктовый, квашеных овощей, III класса — допускается слабый запах меда, свежеиспеченного ржаного хлеба, уксусной кислоты. Для силосов, приготовленных с применением химических консервантов, для всех классов допускается специфический запах консерванта.

Примечания: 1. В силосах, приготовленных из пропаренных трав и с применением пиросульфита натрия, pH не определяют.

2. В силосах, консервированных пропаренной кислотой или ее смесями с другими кислотами, количество масляной кислоты не определяют.

Питательность и качество силоса зависят от химического состава силосуемых растений, главным образом от содержания в них сахаров, протеина, минеральных веществ, а также от силосуемости сырья и технологии силосования.

Качество силоса характеризуется величиной истинной кислотности (рН), составом органических кислот (молочной, уксусной, масляной), содержанием аммиака и других веществ, образующихся при брожении. Кроме того, при оценке качества силоса обращают внимание на запах, структуру корма, содержание в нем сухого вещества, протеина, каротина и некоторые другие показатели, предусмотренные требованиями стандартов (табл. 31).

Для определения питательности и качества силоса берут среднюю пробу (см. страницу 9 и табл. 32).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛОЧНОЙ, УКСУСНОЙ И МАСЛЯНОЙ КИСЛОТ В СИЛОСЕ МЕТОДОМ ЛЕППЕРА — ФЛИГА

В соответствии с требованиями ГОСТ 23638—79 количество свободных и связанных молочной, уксусной и масляной кислот определяют методом Леппера — Флига. Сущность метода заключается в том, что при нагревании настоя силоса с водяным паром отгоняются уксусная и масляная кислоты в строго определенных количествах.

Молочная кислота под действием двуххромовокислого калия и серной кислоты окисляется до уксусной кислоты, которая также отгоняется.

Реактивы, посуда, оборудование. 10 %-ные водные растворы окиси кальция (ч. д. а.) и 5-водной сернокислой меди (ч. д. а.); 50 %-ный раствор серной кислоты (х. ч.); 398 мл серной кислоты (плотность 1,84 г/см³) добавляют к 500 мл дистиллированной воды, после охлаждения доводят объем раствора до 1 л водой; 0,05 н. раствор едкого натра; раствор фенолфталеина*; раствор двуххромовокислого калия**; немза прокаленная; лабораторная фильтровальная бумага

* 1 г фенолфталеина растворяют в 100 мл 70 %-ного этилового спирта.

** 67 г $K_2Cr_2O_7$ (ч. д. а.) растворяют в дистиллированной воде при слабом подогревании, затем охлаждают до комнатной температуры, добавляют 45 мл серной кислоты (плотность 1,84 г/см³) и доводят дистиллированной водой объем раствора до 1 л.

марки ФНБ; холодильник Либиха (прямой, длина 40 см)*; круглые плоскодонные колбы вместимостью 500 мл со шлифами (ГОСТ 10394—72); круглые плоскодонные колбы без шлифов на 1000 мл; бюретки на 10—20 мл (ГОСТ 20292—74) или мерные цилиндры на 10—20 мл; стеклянные воронки диаметром 12—15 см; мерные цилиндры на 250 мл; мерные колбы на 50, 100, 250, 1000 мл; конические колбы на 100, 200 мл; технические весы с погрешностью взвешивания $\pm 0,1$ г; колбонагреватели на 300 и 200 Вт; штативы.

Ход определения. 1. Среднюю пробу силоса хорошо измельчают, перемешивают и, отвесив из нее 100 г, помещают в мерную колбу на 1000 мл, после чего заливают до метки дистиллированной водой. Колбу закрывают пробкой и встряхивают, а затем ставят для настаивания в прохладное место на 12 ч (обычно на ночь). По истечении этого времени содержимое колбы перемешивают и вытяжку фильтруют через вату в широкогорлой воронке или через сухой фильтр.

2. Обессахаривание фильтрата: 200 мл полученного фильтрата переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, автоматической бюреткой или с помощью цилиндра добавляют туда 20 мл взвеси окиси кальция и 10 мл раствора сернокислой меди, содержимое встряхивают и оставляют на 1 ч. Затем доводят дистиллированной водой объем жидкости в колбе до метки, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. Полученный фильтрат используют для исследования.

3. 200 мл обессахаренного фильтрата помещают в круглую плоскодонную отгонную колбу вместимостью 500 мл и для перевода связанных кислот в свободные добавляют в колбу 5 мл 50 %-ного раствора серной кислоты, а для равномерного кипения вносят 4—5 кусочков пемзы. Содержимое колбы взбалтывают, колбу быстро соединяют с холодильником Либиха и нагревают.

4. Сначала в течение 20—30 мин (с момента закипания жидкости) отгоняют первый дистиллят объемом 100 мл, затем, не прерывая отгона, в течение 10—15 мин отгоняют в другую колбу еще 50 мл (второй дистиллят; за скоростью дистилляции следят). В качестве приемника удобно пользоваться мерными колбами вместимостью 100 и 50 мл с

* Внутренняя трубка холодильника на всем протяжении должна быть без вмятин и углов.

притертыми пробками. После отгона дистиллятов колбочки немедленно плотно закрывают.

5. После отгона первого и второго дистиллятов к остатку жидкости в отгонной колбе добавляют для окисления молочной кислоты в уксусную 55 мл раствора двуххромово-кислого калия (важно не допускать его попадания на шлифы), а также 100 мл дистиллированной воды.

6. Жидкость в колбе нагревают до кипения и затем в течение 10—15 мин отгоняют в мерную колбу 50 мл (третий дистиллят).

7. Все дистилляты поочередно переносят в конические колбы. Мерные колбы ополаскивают 10—15 мл воды (всегда одним и тем же количеством) и воду сливают в колбы с дистиллятами. Дистилляты титруют 0,05 н. раствором едкого натра в присутствии нескольких капель фенолфталеина до слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Количество израсходованной на титрование щелочи умножают на 1,25 (так как при обессахаривании 200 мл фильтрата реактивами и водой объем жидкости доводили до 250 мл, а для определения кислот брали только 200 мл обессахаренного фильтрата). Количество миллилитров 0,05 н. щелочи, израсходованное на титрование первого, второго и третьего дистиллятов, обозначают соответственно индексами D_1 , D_2 и D_3 . Содержание кислот в силосе (в процентах) определяют по следующим формулам:

уксусной $0,096D_2 - 0,021D_1$,

масляной $0,043D_1 - 0,068D_2$

молочной $0,123D_3 - 0,046D_2 + 0,006D_1$

Пример. Количество 0,05 н. раствора щелочи, израсходованное на титрование, после умножения на коэффициент 1,25 составило: $D_1 = 21,50$ мл; $D_2 = 13,26$ мл; $D_3 = 21,99$ мл. Следовательно, кислот в силосе содержится: уксусной — $0,096 \cdot 13,26 - 0,021 \cdot 21,5 = 0,82$ %; масляной — $0,043 \cdot 21,5 - 0,068 \cdot 13,26 = 0,023$ %; молочной — $0,123 \cdot 21,99 - 0,046 \cdot 13,26 + 0,006 \cdot 21,5 = 2,22$ %.

При определении кислот в силосе допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать $\pm 0,03$ % (табл. 33).

К неклассному относят силос бурого и темно-коричневого цвета с сильным запахом меда или свежеспеченного ржаного хлеба, соответствующий по остальным показателям требованиям настоящего стандарта.

Согласно действующему стандарту (ГОСТ 23638—79), качество силоса, приготовленного из кукурузы, определя-

Форма записи результатов анализа силоса

Дата взятия образца _____
 Вид силоса _____
 Хозяйство, в котором взят образец _____
 Условия хранения (башня, траншея и др.) _____
 Запах _____

32. Содержание питательных веществ в силосе

Показатели	В первоначальном виде	В сухом веществе
------------	-----------------------	------------------

Сухое вещество, %
 Сырой протеин, %
 Каротин, мг/кг
 Сырая зола, %
 Концентрация водородных ионов (рН)

ют в зависимости от зоны, в которой она выращена. К 1-й зоне относятся Азербайджанская ССР, Армянская ССР, Грузинская ССР, Молдавская ССР, Таджикская ССР, Туркменская ССР, Узбекская ССР, Дагестанская АССР, Кабардино-Балкарская АССР, Калмыцкая АССР, Северо-Осетинская АССР, Чечено-Ингушская АССР, Краснодарский и Ставропольский края, Алма-Атинская, Астраханская, Волгоградская, Ворошиловградская, Гурьевская, Джембулская, Днепропетровская, Донецкая, Запорожская, Крымская, Кыл-Ординская, Кировоградская, Николаевская, Одесская, Ростовская, Херсонская, Чимкентская области; к 2-й — Киргизская ССР, Актюбинская, Белгородская, Воронежская, Винницкая, Житомирская, Закарпатская, Ивано-Франковская, Карагандинская, Киев-

33. Содержание кислот в силосе

Кислота	г%	Содержание молочной кислоты от общего количества кислот, %
---------	----	--

Молочная
 Уксусная
 Масляная
 Сумма кислот, г%

Заклучение о качестве силоса в соответствии с требованиями стандарта _____

ская, Липецкая, Львовская, Полтавская, Ровенская, Саратовская, Сумская, Тамбовская, Тернопольская, Тургайская, Уральская, Харьковская, Хмельницкая, Черниговская, Черновицкая, Черкасская области; к 3-й — остальные республики, края, области СССР (см. табл. 31).

ХАРАКТЕРИСТИКА КАЧЕСТВА СЕНАЖА

О доброкачественности сенажа судят по органолептическим показателям — цвету, запаху; обращают также внимание на признаки порчи — плесневение, гниение, загрязненность. В лаборатории, кроме органолептической оценки качества сенажа, определяют содержание в нем сухого вещества, протеина, клетчатки, каротина, а также масляной кислоты.

Цвет хорошего сенажа серовато-зеленый, желто-зеленый; бурно-коричневый цвет указывает на перегревание массы. При порче корма преобладают темные тона — бурый, черный.

Запах хорошего сенажа ароматный, фруктовый. Если сенаж пахнет свежеспеченным ржаным хлебом, это свидетельствует о его перегреве при закладке или хранении. Переваримость питательных веществ, особенно протеина, такого сенажа значительно снижается. Испорченный сенаж издает затхлый запах, пахнет плесенью, навозом.

Согласно требованиям ГОСТ 23637—79, по органолептическим и химическим показателям сенаж подразделяют на I, II, III классы и неклассный.

Содержание масляной кислоты в сенаже определяют так же, как в силосе. Запах сенажа I и II классов должен быть ароматный фруктовый, III класса — ароматный фруктовый, допускается слабый запах меда или свежеспеченного ржаного хлеба.

Цвет сенажа I и II классов серовато-зеленый, желто-зеленый; для клевера допускается светло-коричневый, III класса — серовато-зеленый, желто-зеленый, для клевера светло-коричневый; допускается светло-бурый.

Форма записи результатов анализа сенажа

Дата взятия образца _____
Вид сенажа _____
Хозяйство, в котором взят образец _____
Запах _____
Цвет _____
Содержание сухого вещества, % _____

34. Требования стандарта (ГОСТ 23637—79) к качеству сенажа (извлечение)

Показатели	Характеристика и норма для классов		
	I	II	III
Содержание сухого вещества в сенаже, %:			
бобовом	40—55	40—55	40—55
злаковом и бобово-злаковом	40—60	40—60	40—60
Содержание в сухом веществе сенажа сырого протеина, %, не менее:			
бобовом	15	13	11
бобово-злаковом	13	11	9
злаковом	12	10	8
Содержание в сухом веществе сенажа сырой клетчатки, %, не более	29	32	35
Содержание в сухом веществе сенажа сырой золы, %, не более	12	14	15
Содержание в сухом веществе сенажа легкорастворимых углеводов, %, не менее	2	—	—
Содержание в сухом веществе сенажа каротина, мг/кг, не менее	55	40	30
Содержание масляной кислоты в сенаже, г %, не более	Не допускается	0,1	0,2

К неклассному относят сенаж бурого и темно-коричневого цвета с сильным запахом меда или свежеспеченного ржаного хлеба, соответствующий по остальным показателям требованиям настоящего стандарта (табл. 34).

35. Содержание питательных веществ в сенаже

Показатели	При натуральной влажности, %	В сухом веществе, %
------------	------------------------------	---------------------

Сырой протеин
Сырая клетчатка
Легкорастворимые углеводы
Каротин, мг/кг
Сырая зола, %

Количество 0,05 н. NaOH, израсходованное на титрование при определении масляной кислоты (страница 151).

D_1 _____ D_2 _____
Содержание масляной кислоты _____
Заклучение о качестве сенажа в соответствии с требованиями стандарта _____

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРОТИНА И ВИТАМИНА А В КОРМАХ, БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ

Каротин — провитамин витамина А — поступает в организм животного с кормом. Основной его источник — зеленые корма, силос, сенаж, сено, травяная мука, морковь, желтые сорта тыквы.

Из α -, β - и γ -разновидностей каротина наиболее биологически активен β -каротин ($C_{40}H_{56}$, по химическому строению каротин — непредельный углеводород).

В обмене веществ в организме животного он участвует лишь после превращения его в витамин А.

Молодняк животных в первые три недели жизни не способен превращать каротин в витамин А, поэтому должен получать его с молозивом, молоком или при отсутствии и недостатке витаминных кормов в виде препаратов (сыпучие или масляные растворы).

Превращение каротина в витамин А происходит под действием фермента каротиназы в стенках тонких кишок, в печени, крови и в меньших количествах в почках, надпочечниках и легких. Каротин и витамин А могут накапливаться в печени и частично в легких и почках. Из одной молекулы каротина образуются две молекулы витамина А — $2C_{20}H_{30}OH$.

Витамин А участвует в важнейших биохимических процессах обмена веществ. Он защищает организм животного от инфекции, участвует в восстановлении и защите эпителиальной ткани, необходима для нормального функционирования органов зрения и для роста молодняка, получения жизнеспособного приплода и высокой продуктивности.

Как и витамин А, каротин не растворяется в воде, но хорошо растворим в растительных жирах и растворителях жира — хлороформе, эфире, сероуглероде, бензине, бензоле.

Все каротиноиды подвержены окислению, легко раз-

рушаются при длительной сушке и хранении кормов. Окисление каротина кислородом воздуха ускоряется под действием света, тепла и металлов.

Чтобы предотвратить снижение активности витамина А и каротина в кормах и препаратах, применяют антиоксиданты — сантохин, дилудин и др.

По биологической активности 1 мг β -каротина соответствует 1667 МЕ витамина А (рационы всех сельскохозяйственных животных обязательно контролируют по содержанию каротина и витамина А). При недостатке каротина в кормах применяют препараты витамина А: 1 мг каротина для жвачных животных эквивалентен 400 МЕ, для свиней — 500 МЕ витамина А; 1 мкг каротина для птицы эквивалентен 1 МЕ витамина А.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРОТИНА В КОРМАХ (МОДИФИКАЦИЯ ВИЖ)

Метод основан на растворимости каротина в органических растворителях и появлении при этом желтой окраски. Интенсивность окраски измеряют колориметрированием раствора на фотоэлектроколориметре при синем светофильтре и длине волны 440 нм (используют при этом шкалу стандартного раствора синтетического каротина в бензине). Так как кристаллический каротин легко окисляется на воздухе, стандартный раствор готовят из двуххромовокислого калия или азобензола. Стандартные растворы довольно стабильны, их используют длительное время.

В органических растворителях растворяются не только каротин, но и такие пигменты, как хлорофилл, ксантофилл, ликопин, криптоксантин и другие, которые необходимо отделить от каротина методом хроматографической адсорбции. Интенсивность окраски определяют с помощью фотоэлектроколориметра. При работе с этим прибором пользуются обычно калибровочными кривыми. Строят их с помощью стандартных растворов разной концентрации: показатели оптической плотности наносят на ось ординат, а показатели концентрации вещества в стандартном растворе — на ось абсцисс. Соединив оптимальные точки системы координат, получают графическое изображение зависимости между концентрацией вещества в стандартном растворе и его оптической плотностью.

Для приготовления стандартного раствора при использовании бихромата калия 720 мг химически чистого реак-

тива вносят осторожно без потерь в мерную колбу на 1000 мл, растворяют в небольшом количестве теплой дистиллированной воды, а затем доводят водой до метки. 1 мл приготовленного раствора соответствует 0,00416 мг (4,16 мкг) каротина. Из основного раствора готовят различные разведения (с разной концентрацией вещества) и строят калибровочную кривую, где на оси ординат указывают показания прибора, а на оси абсцисс — соответствующие им концентрации каротина в 1 мл раствора.

Для приготовления стандартного раствора из азобензола 145 мг химически чистого азобензола растворяют в 1 л этилового спирта; 1 мл этого раствора по окраске соответствует 0,00235 мг (2,35 мкг) каротина.

В производственных условиях при отсутствии спектрофотометра и фотоэлектрокалориметра содержание каротина в кормах и других биологических объектах можно определять колориметрированием его растворов, сопоставляя их со шкалой стандартных растворов двуххромовокислого калия ($K_2Cr_2O_7$).

Колориметрическая шкала готовится так: 720 мг двуххромовокислого калия растворяют в 1 л дистиллированной воды. Интенсивность окраски 1 мл полученного раствора соответствует 0,00416 мг каротина.

Подбирают 24 пробирки, одинаковые по цвету стекла и диаметру, нумеруют их. В первую пробирку наливают 10 мл основного раствора, во вторую — 9,5 мл, в каждую последующую пробирку наливают основного раствора на 0,5 мл меньше, чем в предыдущую, а начиная с 21-й — меньше на

36. Колориметрическая шкала для определения каротина

№ пробирки	Основной раствор, мл	Вода, мл	Каротин, мг в 1 мл (К)	№ пробирки	Основной раствор, мл	Вода, мл	Каротин, мг в 1 мл (К)
1	10,0	0,0	0,004160	13	4,0	6,0	0,001664
2	9,5	0,5	0,003952	14	3,5	6,5	0,001456
3	9,0	1,0	0,003744	15	3,0	7,0	0,001248
4	8,5	1,5	0,003536	16	2,5	7,5	0,001040
5	8,0	2,0	0,003328	17	2,0	8,0	0,000832
6	7,5	2,5	0,003120	18	1,5	8,5	0,000624
7	7,0	3,0	0,002912	19	1,0	9,0	0,000416
8	6,5	3,5	0,002704	20	0,5	9,5	0,000208
9	6,0	4,0	0,002496	21	0,4	9,6	0,000166
10	5,5	4,5	0,002288	22	0,3	9,7	0,000125
11	5,0	5,0	0,002080	23	0,2	9,8	0,000083
12	4,5	5,5	0,001872	24	0,1	9,9	0,000042

0,1 мл; затем в каждую пробирку вносят такое количество дистиллированной воды, чтобы общий объем раствора был равен 10 мл. Пробирки плотно закрывают пробками и заливают менделеевской замазкой или парафином (табл. 36).

Реактивы и оборудование. Безводный сернокислый натрий (ГОСТ 4166—60, ч. д. а.); калий двуххромовокислый ($K_2Cr_2O_7$) безводный, х. ч.; азобензол, ч.; окись алюминия 10—12 %-ной влажности; бензин авиационный (Б-70) или автомобильный неэтилированный (АИ-93; ГОСТ 5818—71); петролейный эфир; этиловый спирт (ГОСТ 5962—67); дистиллированная вода (ГОСТ 6709—72); измельчитель проб растений ИПР-2; мельница МРП-1; фотоэлектроколориметр ФЭК-М; технохимические весы; фарфоровая ступка с пес-тиком; мерный цилиндр на 100 мл (ГОСТ 1770—74); бюрет-ка на 50 мл (ГОСТ 20292—74); мерные колбы на 100 и 1000 мл (ГОСТ 1770—74); бытовые банки на 200 мл (ГОСТ 5717—70); полиэтиленовые крышки для банок (диаметр 60 мм); колба Бунзена; трубка Аллина (диаметр 2—4 см); пробирки химические из бесцветного стекла.

Заполнение адсорбционной колонки (трубка Аллина). В трубку Аллина, в узкую часть, вставляют тампон гидро-скопической ваты, на который насыпают 4—5 см окиси алю-миния (Al_2O_3) — адсорбент влажностью 10—12 %, слегка уплотняя стеклянной палочкой, покрывают ватой и на-сыпают 2—3 см безводного сернокислого натрия (Na_2SO_4). Трубку вставляют в пробку колбы Бунзена.

Ход определения. 1. Пробы сена, соломы измельчают на измельчителе или ножницами на отрезки длиной не более 1,5 см, перемешивают, после чего из разных мест берут про-бу массой до 100 г и размалывают в мельнице без предва-рительного подсушивания. Травяную муку анализируют без измельчения.

Из перемешанной пробы на технических весах отвешивают 1—3 г образца, переносят его в фарфоровую ступку и тщательно растирают с 5—10 г песка или измельченного стекла. Растирание необходимо для лучшего извлечения каротина. Затем образец переносят в коническую колбу на 100—150 мл и заливают 20—25 мл бензина или петролейного эфира.

Ступку обмывают несколько раз небольшими порциями бензина или эфира, сливая их в ту же колбу, закрывают ее пробкой и оставляют на 20—24 ч в темном месте, чтобы все каротиноиды перешли в раствор.

Сочные корма (зеленая масса, корнеплоды, силос) изме-

льчают, тщательно перемешивают и из разных мест берут навеску 1—3 г. В ступку с навеской корма добавляют 5—10 г толченого стекла или кварцевого песка, быстро растирают (каротин на воздухе легко окисляется). Чтобы получить обезвоженную сыпучую массу, добавляют 10—16 г и более сернистого натрия. Последующий процесс исследования такой же, как и с сухими кормами.

Во все корма после растирания добавляют применяемый в анализе адсорбент (окись алюминия).

2. На следующий день бензиновый экстракт с образца сена сливают в адсорбционную колонку (трубку Аллина) с окисью алюминия и фильтруют его под слабым вакуумом или с водоструйным насосом, предварительно пропустив небольшое количество растворителя.

3. Осадок вновь заливают небольшим количеством растворителя, переносят в адсорбционную колонку и промывают несколько раз небольшими дозами растворителя до тех пор, пока раствор, вытекающий из воронки, не будет бесцветным.

4. Объем вытяжки измеряют цилиндром, после чего раствор колориметрируют на фотоэлектроколориметре ФЭК-М с синим светофильтром при длине волны 440—450 нм.

Для сравнения в кювету фотоэлектроколориметра наливают бензин.

5. При интенсивной окраске бензиновой вытяжки ее разбавляют бензином в 2 раза. Для этого 5 мл вытяжки наливают в мерную пробирку и доливают 5 мл бензина. Результаты определения в этом случае удваивают.

Расчет результатов анализов. 1. При использовании фотоэлектроколориметра ФЭК-М

$$x = \frac{K \cdot V \cdot 1000}{C},$$

где x — количество каротина, мкг/г или мг/кг корма; K — количество каротина в 1 мл раствора, найденное по калибровочной кривой; V — объем испытуемого раствора, мл; C — навеска корма, г; 1000 — коэффициент для пересчета на 1 кг корма.

2. При использовании колориметрической шкалы полученный экстракт из колбы Бунзена переливают в измерительный цилиндр и записывают объем. Испытуемый экстракт сравнивают со стандартной шкалой $K_2Cr_2O_7$ — записывают № пробирки.

Далее находят в таблице, какому количеству миллиграммов каротина соответствует окраска $K_2Cr_2O_7$.

При расчете используется указанная выше формула, но коэффициент K , установленный по колориметрической шкале, означает мг каротина.

Наиболее совершенный прибор — спектрофотометр, с помощью которого измеряют интенсивность поглощения света в отдельных узких участках спектра. На спектрофотометре лучше устраняется влияние посторонних окрашенных соединений.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА А В БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ

Определение витамина А проводится по следующим этапам: омыление образца, экстрагирование неомыляемой фракции, хроматографирование (при наличии оборудования) или колориметрирование. Результаты обрабатывают с использованием калибровочного графика.

В зависимости от природы анализируемых образцов их омыление и экстрагирование имеют некоторые особенности. Подробный ход анализа показан на примере определения витамина А в молоке. Хроматографируют и колориметрируют все образцы одинаково. Анализ необходимо проводить быстро (без перерывов между этапами) при слабом рассеянном свете. Омылять образцы следует в атмосфере азота или углекислого газа.

Реактивы, посуда и оборудование. Сухой хлороформ *; насыщенный раствор треххлористой сурьмы **; свободный от перекисей серный эфир ***; 40 %-ный водный раствор

* Химически чистый хлороформ промывают 2—3 раза водой, высушивают прокаленным поташом или безводным сернистым натрием и перегоняют в склянку из темного стекла.

** Треххлористую сурьму промывают хлороформом и высушивают в темноте в эксикаторе над серной кислотой в течение 1—2 суток. Для приготовления раствора на 100 мл хлороформа берут 25 г треххлористой сурьмы, причем содержимое оставляют на ночь. Полученный прозрачный раствор сливают в темную склянку, добавляют туда 2 мл уксусного ангидрида и закрывают притертой пробкой. Раствор годен для анализа через сутки и может использоваться 5—6 недель.

*** В колбу наливают 500 мл эфира, 25 мл 10 %-ного раствора FeSO_4 и 25 мл 5 %-ного водного раствора едкого кали. Содержимое колбы взбалтывают. Реакционная смесь, периодически взбалтываемая, стоит в течение 30 мин, затем содержимое колбы переливают в делительную воронку и после отделения эфирного слоя нижний водный слой бурой жидкости сливают. После этого эфир промывают 4—5 раз дистиллированной водой, сушат (в течение суток) безводным сернистым натрием и перегоняют. Наркозный эфир, как не содержащий перекисей, не обрабатывают.

едкого кали (ГОСТ 4203—65, х. ч.); фенолфталеин; прокаленный сернистый натрий; 96 %-ный спирт (ректификат); уксусный ангидрид; серная кислота (удельный вес 1,84); углекислота (в баллоне); бюретка с притертым краном на 10—15 мл (для приливания треххлористой сурьмы); пипетка на 2 мл или на 1 мл с делениями до 0,1 мл (для отмеривания испытуемого раствора); делительные воронки; конические колбы; воздушные холодильники (стеклянные трубки длиной 60 см и диаметром 1,2 см); бюксы; воронки для фильтрования; мерные колбы вместимостью от 10 до 500 мл; эксикаторы; холодильники Либиха (необходимые приборы указаны при описании методики определения каротина).

Построение калибровочной кривой при анализе витамина А (по А. Дмитриевскому). Из чистого витамина А ацетата или из масляных концентрированных его препаратов с точно определенной активностью готовят растворы; в навеске витамина А в расчете на чистое вещество должно содержаться 3,44 мг ретинилацетата. Витамин (или препарат его) растворяют хлороформом в мерной колбе на 100 мл. В 1 мл такого основного раствора содержится 100 МЕ витамина А. После этого готовят серию рабочих растворов. Берут 8 колб (или пробирок с притертыми пробками) и в первую из них отмеряют 1 мл, во вторую — 2 мл, в третью — 3 мл, в четвертую — 4 мл, в пятую — 5 мл, в шестую — 7 мл, в седьмую — 9 мл, в восьмую — 10 мл основного раствора. Далее объем раствора в каждой колбе (или пробирке) доводят хлороформом до 10 мл. В 1 мл рабочего раствора в колбах (с первой по восьмую) содержится соответственно 10, 20, 30, 40, 50, 70, 90, 100 МЕ витамина А.

Для построения калибровочной кривой при определениях с треххлористой сурьмой в кювете фотоколориметра наливают 0,4 мл рабочего раствора из первой колбы и все реактивы, используемые при соответствующем методе анализа, после чего измеряют экстинкцию.

Затем измеряют интенсивность окраски раствора из второй, третьей и последующих колб.

При измерении экстинкции раствора из первой, второй и последующих колб в кювете содержится соответственно 4, 8, 12, 16, 20, 28, 36 и 40 МЕ витамина А.

Эти величины используют при построении калибровочного графика, откладывая их по оси абсцисс, а измеренные (при определениях с треххлористой сурьмой) величины — по оси ординат.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРОТИНА И ВИТАМИНА А В МОЛОКЕ И МОЛОЗИВЕ

Принцип метода. Колориметрическое определение каротина основано на установлении желтой окраски его в растворе петролейного эфира. Витамин А определяют по интенсивности синей окраски, которую он даст в присутствии треххлористой сурьмы.

Реактивы и оборудование. 60—40 %-ный водный раствор КОН; этиловый спирт; петролейный или серный эфир; натрий сернокислый безводный (х. ч. и ч. д. а.); пирогаллол (ч. д. а.); 0,05 %-ный спиртовой раствор фенолфталеина; окись алюминия (в случае хроматографии); хлороформ (х. ч. д. а.); треххлористая сурьма; уксусный ангидрид (ч. д. а.); бихромат калия; раствор двуххромовокислого калия; фотоэлектроколориметр; аналитические весы; водяная баня с терморегулятором; водоструйный насос; центрифуга; баллон с инертным газом и приспособлением к нему; штативы; колбы для омыления (плоскодонные); колбы со шлифом на 200 мл; колбы конические со шлифом на 150—200 мл; делительные воронки на 500 мл; кристаллизатор (d 40 см, h 10—12 см); мерные цилиндры на 25, 100 и 250 мл; колбы мерные на 100 мл; пипетки на 1, 2, 5 и 10 мл; химические воронки; колбы Бунзена; химические пробирки.

Ход определения. 1. Среднюю пробу молока берут во флаконы из темного стекла сразу после доения от всех доек или от одной в количестве 50 мл в летнее время или 100 мл в зимнее; молозива — 30 мл. Законсервированные щелочью пробы могут храниться в холодильнике 3—5 дней.

2. Пробу молока переносят в плоскодонную колбу на 500 мл, флакон дважды ополаскивают (по 10 мл) дистиллированной водой, добавляют 10 мл этилового спирта и 100 мг пирогаллола (или аскорбиновой кислоты в том же количестве).

3. Колбу с воздушным холодильником ставят в водяную баню и проводят омыление в течение 2—2½ ч при температуре 90—95 °С до полного растворения белков. Омыленный раствор становится темно-бурым с запахом мыла.

4. После охлаждения раствора (до 20 °С) в колбу с омыленным раствором добавляют 20 мл дистиллированной воды и 10 мл 96 %-ного этилового спирта.

5. В колбу с омыленным раствором добавляют 50 мл этилового эфира, осторожно смешивают и переносят в первую делительную воронку, после чего колбу ополаскивают 2—3

раза небольшим количеством дистиллированной воды и сливают в ту же воронку. Раствор отстаивается 3—5 мин, после чего происходит расслоение на верхний эфирный и нижний щелочной слой. При неполном расслоении в жидкость добавляют 10—15 мл спирта. Нижний слой сливают в колбу, в которой проводили омыление, добавляют 30—40 мл этилового эфира, смешивают и выливают во вторую делительную воронку.

После разделения слоев нижний сливают в колбу для омыления, верхний — в первую делительную воронку. Нижний слой повторно экстрагируют эфиром.

6. Эфирные вытяжки сливают в одну делительную воронку, промывают, добавляя 50—70 мл дистиллированной воды. После отделения воды нижний слой сливают. Промывание повторяется 4—5 раз, пока промывные воды не будут нейтральными (проба на фенолфталеин).

7. Эфирный экстракт переносят в сухую колбу, в которую предварительно насыпают 15—20 г прокаленного сернокислого натрия (Na_2SO_4). Воронку ополаскивают 10—15 мл эфира и также сливают в колбу, закрывают и оставляют его в темном шкафу на 1—2 ч.

8. Экстракт фильтруют в чистую колбу на 200 мл. Оставшийся на дне Na_2SO_4 промывают 3 раза диэтиловым эфиром по 15 мл.

9. Для обезвоживания эфирного экстракта его фильтруют через бумажный фильтр, на который помещают сернокислый натрий (Na_2SO_4). Последний после окончания фильтрования промывают этиловым эфиром.

10. Объем обезвоженного эфирного экстракта измеряют цилиндром и делят на две части. В одной части определяют витамин А, в другой — каротин.

11. Колориметрическое определение каротина в молоке и молозиве. Для определения каротина одну часть сухого остатка в колбе (после отгонки эфира) растворяют в 15—30 мл петролейного эфира и колориметрируют, используя в качестве стандартного раствор азобензола или двуххромовокислого калия.

Количество каротина вычисляют по формуле, приведенной в разделе «Определение каротина в кормах».

12. Колориметрическое определение витамина А в молоке. Вторую часть сухого остатка неомыляемой фракции растворяют в 1—2 мл хлороформа и тщательно перемешивают, 0,4 мл раствора витамина А переносят пипеткой в сухую кювету фотоколориметра (S кюветы 0,5 см). Кювету

ставят в каретку колориметра и приливают 4 мл 23 %-ного раствора треххлористой сурьмы в хлороформе, в другую кювету вливают чистый хлороформ.

Интенсивность (экстинкцию) образовавшейся синей окраски раствора в кювете измеряют при красном светофилтре и длине волны 620 нм в фотоколориметре ФЭК-М не позднее чем через 5—10 с после добавления реактива. Каждое измерение проводят в двух-трех повторностях.

По данным экстинкции находят концентрацию витамина А по калибровочной кривой и рассчитывают содержание витамина А по формуле

$$A = \frac{x \cdot V \cdot 0,3 \cdot 1000}{0,4 \cdot C},$$

где А — концентрация витамина А, мкг/кг; х — количество витамина А, найденное по калибровочной кривой, МЕ; С — масса навески; 0,3 — коэффициент для перевода МЕ в весовые; 0,4 — количество хлороформного раствора, взятого для цветной реакции; V — общий объем хлороформного раствора; 1000 — коэффициент для пересчета на 1 кг молока.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРОТИНА В СЫВОРОТКЕ КРОВИ

Каротин в сыворотке крови определяют методом колориметрирования на фотоэлектроколориметре. Для этого используют эфирный экстракт каротина.

Реактивы и оборудование. Этиловый спирт; серный или петролейный эфир; раствор двуххромовокислого калия; центрифужные пробирки; центрифуга; мерные пробирки; стеклянные палочки; пипетки; колориметрическая шкала; фотоэлектроколориметр.

Определение каротина с использованием фотоэлектроколориметра. 1. В центрифужную пробирку берут 1—3 мл свежей сыворотки крови.

2. В пробирку приливают 3—6 мл этилового спирта, тщательно перемешивают содержимое стеклянной палочкой. Происходит осаждение белков.

3. Полученную взвесь центрифугируют 15 мин.

4. С осадка белка сливают спирт, после чего в пробирку приливают 4—5 мл серного или петролейного эфира, содержимое тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

5. Смесь белка и эфира центрифугируют 10 мин.

6. Прозрачный эфирный экстракт сливают в мерную пробирку, доводят чистым эфиром объем экстракта до 5 мл и закрывают пробирку пробкой. Если белковый осадок имеет желтую окраску, экстракцию каротина проводят повторно,

полученный экстракт соединяют с первым и измеряют общий объем.

Затем определяют содержание каротина. Полученный эфирный экстракт наливают в кювету и колориметрируют на фотоэлектроколориметре при синем светофильтре и длине волны 455 нм.

Концентрацию каротина в образце рассчитывают по формуле

$$x = \frac{K \cdot V \cdot 100}{C},$$

где x — содержание каротина, мг%; K — количество каротина, соответствующее окраске раствора $K_2Cr_2O_7$ по шкале, мг; V — объем эфирного экстракта, мл; C — количество исследуемой сыворотки, мл.

В производственных условиях используется колориметрическая шкала двуххромовокислого калия (табл. 36) для определения каротина в кормах и сыворотке крови.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА А В ПЕЧЕНИ

1. 2—5 г гомогенизированного образца печени переносят в колбу для омыления, добавляют 10 мл 60 %-ного раствора КОН и 30 мл этилового спирта, 100 мг пирогаллола. Омыляют на водяной бане при температуре 80—90 °C 1 1/2—2 ч, периодически встряхивая колбу (круговыми движениями).

2. После омыления колбу охлаждают до комнатной температуры и добавляют 50 мл эфира, осторожно смешивают и переносят в первую делительную воронку для экстракции. Далее анализ проводят так же, как при определении витамина А в молоке.

Сухой остаток после отгона эфира растворяют в хлороформе (3—5 мл) и колориметрируют. При очень интенсивной окраске хлороформный раствор разбавляют чистым хлороформом (в расчете на 1 мл испытуемого раствора добавляют 4—10 мл хлороформа), при подсчете количества витамина А учитывают объем всего хлороформа, взятого на растворение сухого остатка. Содержание витамина А рассчитывают по формуле, как и при определении содержания витамина А в молоке.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА А В ЯЙЦЕ

1. В колбу для омыления берут навеску яичного желтка в количестве 5 г, наливают 10 мл дистиллированной воды, перемешивают, затем добавляют 30 мл этилового спирта,

снова перемешивают и после добавления 100 мл пирогаллола или аскорбиновой кислоты и 10 мл 60 %-ного раствора КОН омыляют на водяной бане при температуре 90—95 °С в течение 1 ч. В процессе омыления колбу периодически покачивают для перемешивания содержимого и более полного омыления липидов.

2. После омыления колбу охлаждают, содержимое переносят в делительную воронку, добавляют туда 20 мл дистиллированной воды и четырехкратно экстрагируют этиловым эфиром, приливая его первый раз 40 мл, а затем по 30 мл.

Далее анализ проводят так же, как и при определении витамина А в молоке. Сухой остаток после отгона эфира растворяют в 1—2 мл хлороформа и колориметрируют. Содержание витамина А рассчитывают по формуле, приведенной выше.

Определение каротиноидов в яйце проводят двумя методами — с омылением пробы желтка и без омыления.

В первом случае одновременно определяют содержание в яйце каротиноидов и витамина А. Омыление проводят так же, как и при определении витамина А. Обезвоженный эфирный экстракт делят на две части.

Одну часть используют для определения витамина А, другую для определения каротиноидов. Эфирный экстракт отгоняют в токе углекислоты или под вакуумом, остаток растворяют в 10—15 мл бензина Б-70. Полученный экстракт колориметрируют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром.

Расчет содержания каротиноидов проводят по формуле

$$x = \frac{K \cdot V \cdot 2}{C},$$

где x — количество каротина в 1 г навески, мкг; K — количество каротина в 1 мл раствора, найденное по калибровочной кривой; V — объем испытуемого раствора, мл; C — навеска, г; 2 — пересчет на весь объем раствора (брали $1/2$ часть).

Второй метод определения каротиноидов в яйце без омыления (метод Г. Д. Дубровина с некоторым изменением по Е. В. Щербакову).

1. В центрифужную пробирку отвешивают 0,2 г желтка и добавляют 3 мл этилового спирта. Желток тщательно растирают стеклянной палочкой до образования однородной массы.

2. Содержимое пробирки центрифугируют при 2500 об/мин 5—7 мин, после чего спирт сливают.

3. К осадку добавляют бензин Б-70, тщательно перемешивают той же стеклянной палочкой и центрифугируют до выпадения плотного осадка.

Полученный экстракт сливают в мерную пробирку и колориметрируют.

Если осадок желтоватого оттенка, его повторно экстрагируют, и обе порции экстракта объединяют и колориметрируют.

Содержание каротиноидов в желтке вычисляют по формуле, приведенной выше.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА А В КОМБИКОРМЕ, ОБОГАЩЕННОМ ЭТИМ ВИТАМИНОМ

Принцип определения тот же, что при определении витамина А в молоке с некоторыми особенностями при омылении и подготовке образца к экстрагированию неомыляемой фракции.

Подготовка образца. Пробу комбикорма массой 400 г тщательно размалывают, для чего ее дважды пропускают через мельницу и хорошо перемешивают.

1. Навеску размолотого комбикорма в количестве 10—20 г (в зависимости от дозы препарата витамина А) помещают в коническую колбу на 250 мл, добавляют 100 мг пирогаллола, 50—70 мл дистиллированной воды, перемешивают, добавляют 50—75 мл этилового спирта и 10—20 мл 60 %-ного раствора КОН.

Содержимое колбы помешивают и продувают углекислым газом или азотом.

2. Содержимое колбы омыляют при температуре 80 °С в течение 1—1½ ч, смесь осторожно перемешивают встряхиванием.

3. После омыления колбу охлаждают под струей воды, добавляют 50 мл дистиллированной воды и 20 мл спирта. Колбу со смесью ставят на шуттель-аппарат на 10—15 мин, наблюдая за качанием.

4. Экстрагируют омыленный образец 4 раза, добавляя первый раз 50 мл эфира, трижды — по 40 мл. Для этого используют две делительные воронки.

Далее проводят анализ так же, как при определении витамина А в молоке.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РИБОФЛАВИНА В КОРМАХ

Рибофлавин (витамин В₂) содержится в растительных животных кормах, он синтезируется растениями, дрожжами, многими микроорганизмами, в том числе и обитающими в рубце и кишечнике животных. Благодаря синтезу микрорастворимой желудочно-кишечного тракта витамина В₂ взрослые жвачные не нуждаются в поступлении его извне (противоположность телятам в раннем возрасте, свиньям, лошадям и особенно птице).

Рибофлавином богаты дрожжи, высококачественная рыбная и мясная мука, цельное и обезжиренное молоко, травяная мука, сухая барда. Бедны этим витамином кормовые клубнеплоды, зерно злаков (его содержание в зерне увеличивается в 3—5 раз при проращивании последнего до белого ростка). При порче зерновых кормов и потере зерна всхожести содержание витамина В₂ резко снижается.

Количество рибофлавина в зерне зависит от его спелости. По данным К. Л. Поволоцкой, в зерне пшеницы и ячменя за период от фазы молочной спелости до полного созревания содержание В₂ снижается на 25—35 %. Выяснено, что рибофлавина больше в пигментированных частях растений.

В кормах рибофлавин находится в свободном виде или в соединении с фосфором, белком. В настоящее время известны четыре формы рибофлавина: свободный рибофлавин, рибофлавин мононуклеотид, рибофлавин динуклеотид и рибофлавин в соединении с белком не через фосфорную кислоту, а пептидными связями. Рибофлавин встречается в соединении с металлами (молибденом, железом, медью, кобальтом и цинком), причем в этом случае он более реактивен.

Витамин В₂ входит в состав активных групп многочисленных клеточных ферментов, занимающих ключевое положение в процессах генерации энергии. Он образует простетическую группу флавиновых ферментов, участвующих в переносе водорода. Эти ферменты могут легко присоединять и отдавать водород. Рибофлавин содержится почти во всех живых клетках, в которых окислительные процессы протекают с участием ферментов, содержащих этот витамин. В качестве кофермента рибофлавин участвует в углеводном обмене. С участием флавопротеидов происходит окисление аминокислот, оксикислот, а также глюкозы, альдегидов и др. При недостатке рибофлавина значительная часть ами-

нокислот не усваивается организмом и выводится с мочой, что приводит к непродуктивному расходу белка.

С увеличением доли белка в рационе потребность животных в рибофлавине повышается. При недостатке белка или низкой его биологической ценности рибофлавин выделяется с мочой. Обмен рибофлавина в организме тесно связан с обменом метионина; при малобелковой диете введение метионина может затормозить усиленное выделение рибофлавина.

Флавиновые ферменты необходимы организму также для синтеза и распада жирных кислот.

Рибофлавин активизируется лишь после его фосфорилирования, то есть после образования соответствующего эфира фосфорной кислоты. На взаимосвязь этого витамина и фосфора указывает резкое выделение последнего с мочой при В₂-авитаминозе у кур. Рибофлавин необходим организму для нормальной деятельности половых желез и нервной системы, развития плода, для построения молекулы гемоглобина, нормального зрения (предполагают, что он играет некоторую роль в светочувствительной реакции глаза).

При недостатке рибофлавина в рационе или плохом его усвоении организмом у животных наблюдаются ухудшение аппетита, дерматиты, анемия, снижение прироста живой массы, припухлость век, выделение секрета из глаз, снижение оплодотворяемости, рождение слабого приплода, расстройство пищеварения, параличи и др.

Рибофлавин представляет собой мелкие оранжево-желтые игольчатые кристаллы, нерастворимые в растворителях жиров (эфире, ацетоне, бензоле, хлороформе) и плохо растворимые в спирте (4,5 мг в 100 мл). Рибофлавин относительно плохо растворяется в воде (при 25 °C 12 мг в 100 мл), хорошо — в щелочных растворах, но он при этом быстро разрушается. Довольно устойчив он к высокой температуре, особенно в кислой среде, к действию окислителей, кроме марганцовокислого калия и хромовой кислоты.

Рибофлавин легко разрушается на свету (под действием ультрафиолетового облучения), о чем следует помнить при взвешивании и хранении препарата. Он обладает окислительно-восстановительными свойствами, легко восстанавливается гидросульфитом натрия, переходя в нефлюоресцирующий лейкофлавин.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО КОЛИЧЕСТВА РИБОФЛАВИНА

Метод основан на способности раствора рибофлавина к ярко-желто-зеленой флюоресценции в ультрафиолетовых лучах, причем интенсивность ее прямо пропорциональна концентрации этого витамина.

В кормах рибофлавин находится в свободном и связанном состоянии. Формы его, связанные с белком, не флюоресцируют в ультрафиолетовом свете. Поэтому при определении общего содержания рибофлавина (свободного и связанного) для разрыва связи прибегают к кислотному гидролизу и обработке ферментативными препаратами, обладающими фосфатазной активностью, а также протеолитическими ферментами при соответствующей величине pH растворов.

Реактивы и оборудование. Стандартный раствор рибофлавина *; 0,1 н. раствор серной кислоты (х. ч.); фосфатный буфер ** (pH 7,8—8); 4 %-ный раствор марганцовокислого калия (в посуде из темного стекла хранят не более 2 недель); 3 %-ный раствор перекиси водорода; раствор хлористого олова*** (SnCl_2); гидросульфит натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 \times 2 \text{H}_2\text{O}$), перед анализом 0,25 г его растворяют в 10 мл 2 %-ного раствора двууглекислого натрия; ферментные препараты — трипсин, паникреатин (или клараза); препарат из мицелия *Penicillium* **** (или очищенный энзиматический

* 20 мг рибофлавина в мерной колбе на 500 мл растворяют дистиллированной водой (в 1 мл такого раствора содержится 40 мг рибофлавина). В темноте на холоде раствор хранится 1 месяц.

Перед анализом готовят рабочий раствор, для чего 1 мл стандартного основного раствора переносят в мерную колбу (емкостью 100 мл) и доводят до метки водой, подкисленной до pH 4,5—5 соляной кислотой (5%-ной). В 1 мл рабочего раствора содержится 0,4 мг рибофлавина.

** Вначале готовят 1/15 М раствор двузамещенного фосфорнокислого натрия ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Для этого 11,876 г его растворяют в 1 л дистиллированной воды. Затем готовят 1/15 М раствор фосфорнокислого однозамещенного калия (KH_2PO_4), для чего 9,078 г его растворяют в 1 л дистиллированной воды. К 95 частям первого раствора прибавляют 5 частей второго (pH буферной смеси проверяют потенциометрически).

*** 10 г SnCl_2 растворяют в 25 мл концентрированной соляной кислоты. Раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой при комнатной температуре. Рабочий раствор готовят каждый раз перед анализом разбавлением 0,5 мл основного раствора водой до 100 мл.

**** Все эти препараты могут быть использованы в качестве протеолитических ферментов. В качестве фосфатазных ферментов можно использовать только *Aspergillus* и препарат из мицелия *Penicillium*.

При внесении в вытяжку ферментный препарат рекомендуется растереть в ступке с 5—10 мл буферного раствора.

кий препарат *Aspergillus*); флюорометр; механическая качалка; термостат; потенциометр; водяная баня; фарфоровые ступки; мерные колбы на 100, 250, 500 и 1000 мл; конические колбы на 100, 300 и 500 мл; мерные цилиндры на 25, 50, 100 и 250 мл; воронки диаметром 10—12 см; стаканчики с притертыми пробками (с отметкой 10 мл); пипетки градуированные.

Ход определения. 1. 5—10 г корма тщательно растирают в ступке с небольшим количеством фосфатного буфера (рН 7,8—8,0).

2. Растертую массу переносят в колбу и добавляют в нее того же буферного раствора, ополаскивая им ступку и доводя объем приблизительно до 15—20-кратного количества по отношению к корму.

3. Колбу со смесью ставят на 45 мин на кипящую водяную баню, смесь периодически помешивают.

4. Вытяжку охлаждают до 30 °С, проверяют величину рН и в случае сдвига доводят ее до 7,8—8,0, прибавляя $\frac{1}{16}$ М раствор одно- или двузамещенной фосфорнокислой соли.

5. В колбы со смесью вносят ферментный препарат (трипсин, панкреатин, *Aspergillus*, кларазу) из расчета 30 мг на 1 г сухого вещества корма. Затем в каждую колбу прибавляют по 0,5 мл толуола, колбы помещают в термостат, где выдерживают 12—16 ч при 37 °С. При этом от белка отщепляется прочно связанная с ним форма рибофлавина.

6. По истечении указанного времени колбы вынимают из термостата, рН смеси доводят до 4,5, прибавляя 0,1 н. раствор H_2SO_4 .

7. В колбы вносят фосфатазный ферментный препарат *Penicillium* или *Aspergillus* (рН смеси при этом необходимо довести до 3,5—4,0) и вновь ставят их на 12—16 ч в термостат ($t=37$ °С) для расщепления нуклеотидных форм рибофлавина.

8. После инкубации колбы вынимают, содержимое охлаждают, объем его доводят до общего разведения 1 : 25 или 1 : 30, после чего вытяжку фильтруют через бумажный складчатый фильтр. Жидкость должна быть прозрачной.

9. В три стаканчика с притертыми пробками берут по 8 мл фильтрата, в каждый из них прибавляют по каплям 4 %-ный раствор $KMnO_4$ до тех пор, пока не перестанет исчезать красноватая окраска (требуется примерно 0,2—0,4 мл).

Вытяжку оставляют на 10 мин для окисления посторонних флюоресцирующих веществ.

10. Для удаления избытка KMnO_4 в каждый стаканчик добавляют по каплям раствор перекиси водорода до исчезновения окраски. Затем жидкость перемешивают и добавляют по 0,2 мл рабочего раствора хлористого олова и по 0,1 мл раствора гидросульфита натрия.

11. Стаканы закрывают пробками и ставят на 20 мин в механическую качалку для встряхивания.

12. Объем жидкости в каждом стаканчике доводят водой до 10 мл (если вытяжка мутная, то ее фильтруют) и переливают в кюветы флюорометра.

13. Одновременно в другую кювету флюорометра (того же диаметра) наливают рабочий стандартный раствор рибофлавина и измеряют интенсивность флюоресценции стандартного и испытуемого растворов.

14. Затем во все кюветы прибавляют по 0,1 г NaHCO_3 и гидросульфита натрия для гашения флюоресценции рибофлавина как в стандартном, так и в испытуемом растворе (остается лишь флюоресценция посторонних флюоресцирующих веществ) и снова измеряют интенсивность флюоресценции. При этом в стандартном растворе флюоресценция рибофлавина гасится до нуля.

Содержание рибофлавина рассчитывают по формуле

$$x = \frac{(c - c_1) m \cdot V \cdot V_1}{(n - n_1) a \cdot V_2},$$

где x — содержание рибофлавина в исследуемом веществе, мг/1 г или мг в 1 кг; c — показания шкалы флюорометра для испытуемого раствора; c_1 — показания шкалы флюорометра для испытуемого раствора после гашения флюоресценции; m — содержание рибофлавина в 1 мл стандартного раствора, мг; n — показания шкалы флюорометра для стандартного раствора; n_1 — показания шкалы флюорометра для стандартного раствора после гашения флюоресценции; V — объем раствора, в котором разведено исследуемое вещество, мл; V_1 — объем раствора после окисления (10 мл); V_2 — объем раствора, взятого на окисление (8 мл); a — масса исследуемого вещества, г.

Пример. 5 г корма разведено в 100 мл раствора (1:20). Интенсивность флюоресценции испытуемой вытяжки до гашения равна 36, после гашения — 6 единицам. Интенсивность флюоресценции стандартного раствора 50 единиц. Отсюда содержание рибофлавина в корме равно

$$\frac{(36 - 6) \cdot 0,4 \cdot 100 \cdot 10}{50 \cdot 5 \cdot 8} = 6,0 \text{ мг/кг.}$$

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ РИБОФЛАВИНА
В КОРМАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ
ТРИХЛОРУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ ***

Реактивы, приборы и посуда те же, что и в предыдущем случае. Кроме того, требуются 20 %-ный раствор трихлоруксусной кислоты, 4 М раствор K_2HPO_4 (696,88 г двузамещенного фосфорнокислого калия растворяют в мерной колбе на 1 л и доливают дистиллированной водой до метки). Соответствующим образом готовят рабочий раствор рибофлавина.

Ход определения. 1. 5—10 г корма тщательно растирают в фарфоровой ступке с небольшим количеством фосфатного буфера (рН 7,8—8,0).

2. Растертую массу переносят в колбу с помощью буферного раствора с таким расчетом, чтобы общее разведение соответствовало отношению 1 : 15 или 1 : 20.

3. Колбу со смесью ставят на 45 мин на кипящую водяную баню, смесь периодически помешивают.

4. Вытяжку охлаждают до 30 °С, проверяют величину рН и в случае сдвига доводят до 7,8—8,0, прибавляя $1/15$ М раствора одно- или двузамещенной фосфорнокислой соли.

5. В колбу со смесью вносят ферментный препарат (трипсин, *Aspergillus*, каларазу или другой из перечисленных на странице 174) из расчета 30 мг на 1 г сухого вещества корма, после чего смесь выдерживают в термостате при температуре 37 °С в течение 12—16 ч.

6. Смесью доводят водой до разведения, соответствующего отношению 1 : 25 или 1 : 30, и фильтруют.

7. 5 мл фильтрата вливают в колбочку или стаканчик с притертой пробкой, добавляют туда 5 мл 20 %-ного раствора трихлоруксусной кислоты и нагревают смесь на кипящей водяной бане 10 мин.

8. После охлаждения вытяжки в нее добавляют 2,5 мл 4 М раствора K_2HPO_4 , чтобы довести величину рН до 6,0.

9. Затем к вытяжке прибавляют по каплям 4 %-ный раствор $KMnO_4$ до тех пор, пока не перестанет исчезать красноватая окраска (требуется обычно 0,2—0,4 мл), и вытяжку оставляют на 10 мин.

10. Для удаления избытка $KMnO_4$ к вытяжке добавляют по каплям 3 %-ный раствор перекиси водорода до исчезновения окраски, после чего приливают 0,2 мл рабочего ра-

* Метод разработан К. Л. Поволоцкой, Н. И. Зайцевой, Е. П. Скоробогатовой.

створа хлористого олова и 0,1 мл 2,5 %-ного раствора гидросульфита натрия.

11. В течение 20 мин содержимое колбочек энергично встряхивают в механической качалке.

12. Объем содержимого доводят до 15 мл, в случае необходимости фильтруют и измеряют флюоресценцию.

13. Определение флюоресценции испытуемого раствора в этом случае сопровождают измерением флюоресценции рабочего (стандартного) раствора рибофлавина, приготовленного на растворе трихлоруксусной кислоты. Для этого в мерную колбу на 100 мл вливают 37,5 мл 20 %-ной трихлоруксусной кислоты, 24 мл 4 М раствора K_2HPO_4 , 1 мл стандартного раствора рибофлавина и доводят водой объем до 100 мл. Флюоресценция такого стандарта на 8—10% слабее флюоресценции стандарта, приготовленного на воде.

14. Затем в обе кюветы прибавляют на кончике скальпеля по 0,1 г $NaHCO_3$ и $Na_2S_2O_4$, содержимое хорошо перемешивают и вновь измеряют флюоресценцию.

По сравнению с предыдущим вариантом определения общего содержания рибофлавина настоящий метод отличается быстротой анализа и получением более очищенных вытяжек. Недостаток его заключается в замедленном гашении флюоресценции гидросульфитом натрия, вследствие чего гашение приходится проводить 2—3 раза. Для этого в кюветы повторно вносят новые порции гидросульфита и измеряют флюоресценцию.

Следует отметить, что определять общее содержание рибофлавина в большинстве тканей животных и растительных продуктов, лишенных пигментов, можно без окисления перманганатом калия и восстановления хлористым оловом.

Содержание рибофлавина рассчитывают по формуле

$$x = \frac{(c - c_1) 0,4 \cdot V \cdot V_1}{(n - n_1) a \cdot V_2},$$

где x — содержание рибофлавина в исследуемом веществе, мг в 1 г или мг в 1 кг; c — показания шкалы флюорометра для испытуемого до гашения флюоресценции; c_1 — наименьшее показание шкалы флюорометра для испытуемого раствора после гашения флюоресценции; 0,4 — содержание рибофлавина в 1 мл рабочего стандартного раствора, мкг; V — объем раствора, в котором разведено исследуемое вещество, мл; V_1 — объем раствора после окислительно-восстановительной реакции (15 мл); V_2 — объем раствора, взятый для окисления, мл; n — показания шкалы флюорометра для стандартного раствора; n_1 — показания шкалы флюорометра для стандартного раствора после гашения флюоресценции; a — масса исследуемого вещества, г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РИБОФЛАВИНА В ЯЙЦЕ

Недостаток рибофлавина в рационе племенной птицы приводит не только к снижению выводимости молодняка из-за повышенной смертности эмбрионов на 2—3-й неделе инкубации, но и к нарушению постэмбрионального развития молодняка. Отмечаются, в частности, повышенная смертность цыплят в результате ослабленности их организма и снижение темпов их роста. Это связано с недостатком рибофлавина в печени суточного цыпленка из-за малого его содержания в яйце. Решающее значение для развития цыпленка в первую неделю жизни имеют резервы рибофлавина в его организме в момент вывода из яйца, а не содержание этого витамина в корме.

Рибофлавин находится в белке и желтке яйца (табл. 37), причем его содержание зависит от вида птицы, ее породных особенностей, возраста, условий кормления и содержания, а также от уровня продуктивности.

Метод определения основан на флюоресценции раствора рибофлавина в ультрафиолетовых лучах, причем ее интен-

37. Содержание рибофлавина в полноценных яйцах птицы, мкг в 1 г сырого вещества

Вид птицы	Содержится рибофлавина	
	в желтке	в белке
Куры, индейки	4—5	2—3
Утки, гуси	6—7	1—2

сивность прямо пропорциональна концентрации этого витамина. В яйце рибофлавин находится в свободной форме.

Реактивы, приборы, посуда. Стандартный раствор рибофлавина (основной раствор) *; 96 %-ный этиловый спирт без примесей альдегидов; 55 %-ный этиловый спирт (готовят из 96 %-ного); двууглекислая сода (NaHCO_3); гидросульфит натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$); флюорометр с набором пробирок; механическая качалка; мерные цилиндры с притертыми

* 10 мг растертого в ступке рибофлавина растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе на 250 мл (в 1 мл такого раствора содержится 0,04 мг, или 40 мкг, рибофлавина). При хранении в темноте на холоде раствор устойчив в течение 1 месяца.

Перед анализом из основного раствора готовят рабочий раствор. Для этого 1 мл основного стандартного раствора рибофлавина вливают в мерную колбу на 100 мл и добавляют дистиллированную воду до метки (в 1 мл рабочего раствора содержится 0,4 мкг рибофлавина).

пробками; мерные цилиндры на 50 мл; колбы Эрленмейера на 250 мл; мерные колбы на 250 и 100 мл; стеклянные палочки; стаканчики с носиком на 50 мл; воронки.

Определение рибофлавина в желтке. 1. Среднюю пробу желточной массы тщательно размешивают, примерно 10 г ее наливают в стаканчик с носиком и взвешивают.

2. В цилиндр с притертой пробкой вливают 50 мл 55 %-ного этанола и тонкой струей из стаканчика приливают около 5 г желточной массы (последняя не должна касаться стенок цилиндра; при быстром вливании желточной массы образуются сгустки, которые впоследствии плохо разбиваются).

3. Стаканчик с остатками желтка взвешивают и по разности находят массу использованного образца.

4. Цилиндр закрывают пробкой и в течение 2 мин встряхивают вручную*.

5. Цилиндры (или колбы) ставят в механическую качалку и встряхивают в течение 2 ч, после чего содержимое отфильтровывают через сухой бумажный фильтр.

6. Вытяжку разводят в 2 раза и измеряют интенсивность ее флюоресценции на флюорометре (по инструкции, прилагаемой к прибору). Одновременно измеряют интенсивность флюоресценции стандартного раствора.

7. В обе пробирки (со стандартным и испытуемым растворами) прибавляют на кончике шпателя примерно по 0,1 г NaHCO_3 и $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ и вновь измеряют флюоресценцию. При этом в стандартном растворе флюоресценция рибофлавина гасится до нуля. В исследуемых вытяжках остается небольшая флюоресценция, обусловленная посторонними флюоресцирующими веществами. Гасить флюоресценцию рекомендуется дважды, так как иногда она протекает медленно. Для этого к пробам повторно добавляют гидросульфит натрия и вновь измеряют флюоресценцию раствора.

Содержание рибофлавина в исследуемой желточной массе вычисляют по формуле

$$x = \frac{(A - B) \cdot 0,4V}{C \cdot n},$$

* При отсутствии цилиндров с притертыми пробками желточную массу можно поместить в конические колбы. Для этого на химико-технических весах взвешивают конические колбы на 250 мл. Вливая яичную массу, следят за тем, чтобы она не попала на стенки и горло колбы. В колбу очень маленькими порциями при постоянном помешивании палочкой добавляют 50 мл 55 %-ного этанола, после чего колбу закрывают пробкой.

где x — содержание рибофлавина в 1 г желтка, мкг; A — показания флюорометра для испытуемого раствора (первый отсчет); B — показания флюорометра для испытуемого раствора после гашения флюоресценции (второй отсчет); C — показания флюорометра для стандартного раствора, содержащего в 1 мл 0,4 мкг рибофлавина (устанавливают чаще на величину 60 или 80); 0,4 — содержание рибофлавина в 1 мл стандартного раствора, мкг; V — объем вытяжки с учетом разведения, мл; a — масса желтка, г.

Объем вытяжки с учетом разведения рассчитывают следующим образом: в 5 г желтка, взятых на анализ, содержится 2,5 г воды (содержание влаги в желтке 50 %). С учетом 50 мл этилового спирта объем жидкости составляет 52,5 мл. Так как перед измерением интенсивности флюоресценции фильтрат был разведен в 2 раза, объем вытяжки будет равен 105 мл ($52,5 \cdot 2$).

П р и м е р. Показание флюорометра для испытуемого раствора (первый отсчет) — 32, после гашения (второй отсчет) — 1,8; показание флюорометра для стандартного раствора — 60; масса желтка 5 г. Отсюда $x = \frac{(32 - 1,8) \cdot 0,4 \cdot 105,0}{60 \cdot 5} = 4,228$ мкг, то есть в 1 г желтка содержится 4,228 мкг рибофлавина.

Определение рибофлавина в белке. 1. Тщательно размешав среднюю пробу белка, отвешивают его в цилиндр с притертой пробкой около 10 г. Для этого стаканчик с белковой массой взвешивают, затем часть белка переливают в цилиндр, стаканчик взвешивают повторно, по разнице двух взвешиваний находят массу взятого для анализа белка (важно, чтобы не образовалась пена).

2. В белковую массу маленькими порциями при тщательном перемешивании добавляют 50 мл 96 %-ного этанола.

3. Цилиндр закрывают пробкой, содержимое энергично встряхивают и оставляют на несколько минут в покое. После этого записывают измененный объем содержимого цилиндра.

4. В цилиндр опускают 8—10 стеклянных бусинок, закрывают его пробкой и встряхивают в механической качалке 2 ч.

5. Содержимое цилиндра фильтруют через сухой фильтр и рассчитывают общий объем фильтрата.

Дальнейший ход определения и расчет содержания рибофлавина в белке аналогичны исследованию и расчету его содержания в желтке.

Пример. На анализ взято 13,1 г белка. Воды в нем содержится 11,4 мл (в среднем 87 %). Добавлено в белок 50 мл этанола, в связи с этим объем фильтрата должен составить 61,4 мл. Однако после добавления этанола он уменьшился на 1,3 мл, то есть окончательный общий его объем равен 60,1 мл. Эту величину вставляют в расчетную формулу.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕЛКА, КАЛЬЦИЯ И НЕОРГАНИЧЕСКОГО ФОСФОРА В СЫВОРОТКЕ КРОВИ

РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕЛКА В СЫВОРОТКЕ КРОВИ

Определение содержания белка и белковых фракций в сыворотке крови приобретает все большее значение при оценке состояния обмена веществ у сельскохозяйственных животных. Показатели эти могут быть использованы и для оценки полноценности их кормления.

В основе рефрактометрии лежит свойство различных сред света по-разному преломлять проходящие через них лучи света. Переходя из одной среды в другую, луч света меняет свое направление — преломляется. Отношение синуса угла падения к синусу угла преломления (рефракция) носит название показателя преломления (коэффициента преломления). Величина рефракции раствора зависит от количества, величины, физического состояния растворенных в нем частиц и температуры внешней среды.

Величина рефракции света в сыворотке крови зависит главным образом от содержания белков. Минеральные вещества и другие составные части сыворотки крови практически не влияют на коэффициент ее рефракции. Для определения показателя преломления света используют специальные приборы — рефрактометры.

Универсальный лабораторный рефрактометр состоит из чугунного основания, станины, камеры прибора, состоящей из нижней и верхней половинок, и установленных в ней

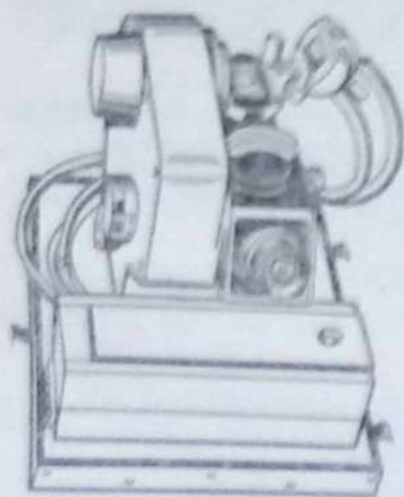


Рис. 13. Рефрактометр
ИРФ-22

осветительной и измерительной призм. Для поддержания определенной температуры в половинках камеры имеются полости, через которые с помощью резиновых шлангов пропускают воду (в зависимости от температуры окружающей среды через шланги пропускают теплую или холодную воду). Температуру камеры поддерживают на уровне $17,5^{\circ}\text{C}$. Измеряют ее термометром, укрепленным на штупере. На кронштейне прибора установлена зрительная труба, неподвижно соединенная со шкалой коэффициентов преломления. Вместе со зрительной трубой камера с помощью рычага может вращаться вокруг оси (рис. 13).

Перед началом работы прибор необходимо проверить и установить на нуль. Для этого приподнимают верхнюю половину камеры и на призму наносят несколько капель дистиллированной воды, камеры закрывают и устанавливают на резкость окуляр шкалы и окуляр зрительной трубы. Зеркало устанавливают так, чтобы свет от источника через окно поступал в осветительную призму и равномерно освещал поле зрения. Рукояткой устраняют спектральную окраску границ светотени. Указательную линию окуляра шкалы устанавливают на делении 1,3332 и смотрят в зрительную трубу. Если граница светотени проходит через центр пересечения линий, то прибор установлен на нуль. Если этого нет, то с помощью ключа необходимо вращать винт в зрительной трубе, пока граница светотени не окажется в центре пересечения линий. При большом количестве проб установку прибора на нуль проверяют несколько раз.

Определение общего белка сыворотки крови. После установки прибора на нуль верхнюю половину камеры приподнимают и призмы вытирают досуха неворсистой салфеткой. Затем на поверхность призмы наносят 1—2 капли сыворотки крови и быстро закрывают камеру. Вращая рукоятку прибора и наблюдая в окуляр зрительной трубы, находят границу светотени; ее окрашенность устраняют. Затем рукояткой точно совмещают границу светотени с точкой пересечения двух линий. Смотрят в окуляр шкалы и отсчитывают коэффициент преломления раствора. Показания записывают и по шкале Рейсса (табл. 38) находят содержание белка в сыворотке крови.

Например, коэффициент рефракции сыворотки равен 1,3499. Это соответствует содержанию в ней 8,12 % белка.

После каждого определения обе призмы тщательно протирают вначале салфеткой, смоченной дистиллированной водой, а затем сухой мягкой тряпочкой.

38. Данные для пересчета показаний рефрактометра РЛУ на содержание белка в сыворотке крови (по Рейссу)

Показатель преломления	Содержание белка в сыворотке крови, %	Показатель преломления	Содержание белка в сыворотке крови, %
1,3420	3,50	1,3468	6,28
1,3421	3,56	1,3469	6,34
1,3422	3,62	1,3470	6,41
1,3423	3,67	1,3471	6,48
1,3424	3,72	1,3472	6,55
1,3425	3,80	1,3473	6,60
1,3426	3,87	1,3474	6,66
1,3427	3,94	1,3475	6,71
1,3428	3,99	1,3476	6,77
1,3429	4,05	1,3477	6,82
1,3430	4,10	1,3478	6,88
1,3431	4,16	1,3479	6,93
1,3432	4,21	1,3480	6,98
1,3433	4,27	1,3481	7,03
1,3434	4,32	1,3482	7,09
1,3435	4,38	1,3483	7,14
1,3436	4,43	1,3484	7,20
1,3437	4,49	1,3485	7,27
1,3438	4,54	1,3486	7,35
1,3439	4,60	1,3487	7,42
1,3440	4,66	1,3488	7,48
1,3441	4,71	1,3489	7,53
1,3442	4,76	1,3490	7,58
1,3443	4,81	1,3491	7,63
1,3444	4,89	1,3492	7,68
1,3445	4,96	1,3493	7,73
1,3446	5,03	1,3494	7,79
1,3447	5,09	1,3495	7,85
1,3448	5,15	1,3496	7,92
1,3449	5,20	1,3497	7,99
1,3450	5,25	1,3498	8,06
1,3451	5,30	1,3499	8,12
1,3452	5,36	1,3500	8,17
1,3453	5,41	1,3501	8,23
1,3454	5,47	1,3502	8,28
1,3455	5,54	1,3503	8,33
1,3456	5,61	1,3504	8,38
1,3457	5,68	1,3505	8,44
1,3458	5,73	1,3506	8,49
1,3459	5,79	1,3507	8,56
1,3460	5,85	1,3508	8,63
1,3461	5,90	1,3509	8,71
1,3462	5,96	1,3510	8,76
1,3463	6,01	1,3511	8,81
1,3464	6,07	1,3512	8,86
1,3465	6,12	1,3513	8,92
1,3466	6,17	1,3514	8,97
1,3467	6,23	1,3515	9,03

Показатель преломления	Содержание белка в сыворотке крови, %	Показатель преломления	Содержание белка в сыворотке крови, %
1,3516	9,08	1,3549	10,96
1,3517	9,14	1,3550	11,00
1,3518	9,21	1,3551	11,07
1,3519	9,28	1,3552	11,14
1,3520	9,35	1,3553	11,21
1,3521	9,40	1,3554	11,26
1,3522	9,46	1,3555	11,31
1,3523	9,51	1,3556	11,36
1,3524	9,57	1,3557	11,40
1,3525	9,63	1,3558	11,47
1,3526	9,68	1,3559	11,54
1,3527	9,73	1,3560	11,60
1,3528	9,78	1,3561	11,65
1,3529	9,84	1,3562	11,70
1,3530	9,89	1,3563	11,75
1,3531	9,94	1,3564	11,80
1,3532	9,99	1,3565	11,87
1,3533	10,06	1,3566	11,94
1,3534	10,13	1,3567	12,02
1,3535	10,20	1,3568	12,10
1,3536	10,25	1,3569	12,17
1,3537	10,31	1,3570	12,24
1,3538	10,36	1,3571	12,30
1,3539	10,41	1,3572	12,35
1,3540	10,47	1,3573	12,40
1,3541	10,54	1,3574	12,45
1,3542	10,60	1,3575	12,50
1,3543	10,65	1,3576	12,57
1,3544	10,70	1,3577	12,64
1,3545	10,75	1,3578	12,70
1,3546	10,81	1,3579	12,80
1,3547	10,86	1,3580	12,90
1,3548	10,91	1,3581	13,00

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕЛКОВЫХ ФРАКЦИЙ
СЫВОРОТКИ КРОВИ ЭКСПРЕСС-МЕТОДОМ
[ПО ОЛЛ И МАККОРДУ,
В МОДИФИКАЦИИ С. А. КАРПЮКА]**

Экспресс-метод основан на свойстве фосфатных растворов различной концентрации осаждать белки. Величину оптической плотности растворов с определенными белковыми фракциями устанавливают на фотоэлектроколориметре.

Реактивы, посуда, приборы. Основной фосфатный раст-

вор *; четыре разведенных фосфатных раствора **; однозамещенный фосфорнокислый калий; едкий натр; бюретка; пипетки; пробирки с пришлифованными пробками; мерные колбы; фотоэлектроколориметр.

Ход определения. 1. В штатив устанавливают шесть пробирок вместимостью по 10—15 мл и нумеруют их цифрами 0, 1, 2, 3, 4, 5.

2. В нулевую пробирку отмеривают 10 мл дистиллированной воды, в пробирки № 1, 2, 3 и 4 — по 5 мл соответствующих разведенных фосфатных растворов (растворы № 1, 2, 3, 4), а в пробирку № 5 — 0,5 мл сыворотки крови, 0,75 мл дистиллированной воды и 3,75 мл основного фосфатного раствора.

3. Содержимое пробирки № 5 перемешивают, затем из нее в пробирки № 1, 2, 3 и 4 переносят по 0,5 мл, а в нулевую пробирку — 1 мл смеси.

4. Содержимое каждой пробирки тщательно перемешивают, избегая образования пузырьков воздуха.

5. Через 15 мин на фотоэлектроколориметре определяют оптическую плотность растворов в пробирках 1—4 при красном светофилтре и кюветах шириной 10 мм. В качестве контроля используют раствор в нулевой пробирке.

6. После измерения оптической плотности содержимого пробирок № 1, 2, 3, 4 проводят расчет. Из показаний оптической плотности раствора в пробирке № 1 вычитают показатель оптической плотности раствора в пробирке № 2. Разность будет равна оптической плотности альбуминов. Из оптической плотности содержимого пробирки № 2 вычитают оптическую плотность содержимого пробирки № 3. Разность покажет величину оптической плотности α -глобулинов. Из оптической плотности раствора в пробирке № 3 вычитают оптическую плотность раствора в пробирке № 4.

* 226,8 г KH_2PO_4 смешивают до полного растворения с 400 мл раствора, содержащего 33,5 г NaOH , жидкость охлаждают до комнатной температуры и доводят ее объем дистиллированной водой до 500 мл (или до массы 667,5 г).

** Первый из четырех разведенных фосфатных растворов готовят из 92,6 мл (или 123,5 г) основного фосфатного раствора (вливают в мерную колбу на 100 мл и добавляют до метки дистиллированную воду); второй, третий и четвертый — соответственно из 75,0 мл (100 г), 58,8 мл (78,5 г), 48,7 мл (65 г) основного фосфатного раствора. После добавления воды растворы тщательно перемешивают. При хранении разведенных растворов в них добавляют (в расчете на 100 мл) по одной капле хлороформа, чтобы предупредить бактериальное загрязнение.

Разность будет служить показателем оптической плотности β -глобулинов. Оптическая плотность содержимого пробирки № 4 будет равна оптической плотности γ -глобулинов. Затем все показатели разности оптической плотности растворов в пробирках № 1—4 суммируют и, приняв сумму оптических плотностей за 100 %, вычисляют содержание каждой белковой фракции в относительных процентах.

Содержание отдельной фракции рассчитывают в грамм-процентах (табл. 39). Для этого содержание общего белка определяют рефрактометрическим способом. Принимая общее количество белка за 100 % и зная содержание каждой белковой фракции в относительных процентах, проводят расчет фракций в абсолютных процентах.

Экспресс-метод определения белковых фракций вполне
39. Пример расчета белковых фракций в сыворотке крови коров

Фракции белка	Номер пробирки	Оптическая плотность	Разность оптической плотности	Относительный процент	Абсолютный процент	Содержание общего белка в сыворотке, %
Альбумины:	1	0,685	0,364	53,14	4,65	8,76
α -глобулины	2	0,321	0,049	7,15	0,63	
β -глобулины	3	0,272	0,082	11,97	1,05	
γ -глобулины	4	0,190	0,190	27,74	2,43	
Сумма	—	0,685	—	—	—	

приемлем для оценки изменения белкового обмена в зависимости от условий кормления.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ В СЫВОРОТКЕ КРОВИ [ПО ДЕ ВААРДУ]

Наиболее распространен метод осаждения кальция из сыворотки крови в виде его щавелевокислой соли. Затем щавелевокислый кальций растворяют в серной кислоте, при этом образуется сернокислый кальций и освобождается эквивалентное количество щавелевой кислоты. Последнюю определяют титрованием стандартным раствором марганцовокислого калия и узнают количество миллиграммов кальция.

Реактивы, посуда, приборы. Насыщенный раствор щавелевокислого аммония; 0,01 н. раствор KMnO_4 ; 0,01 н. раствор щавелевой кислоты (для проверки титра перманганата); 50 %-ный раствор серной кислоты; 2 %-ный раствор

аммиака; центрифуга на 3000 об/мин; центрифужные пробирки; пипетки на 1—2 мл; микробюретка; водяная баня.

Ход определения. 1. Наливают из бюретки в центрифужную пробирку 2 мл дистиллированной воды.

2. Туда же пипеткой вливают 1 мл прозрачной сыворотки, содержимое перемешивают, ударяя пальцем по нижнему концу пробирки.

3. Из пипетки в пробирку вливают 0,5 мл насыщенного раствора щавелевокислого аммония, содержимое перемешивают и для полного осаждения кальция дают постоять 15 мин (при частом перемешивании).

4. Затем пробирки помещают в центрифугу и центрифугируют в течение 10—15 мин.

5. Вынув пробирки из центрифуги, раствор осторожно сливают, а край пробирки вытирают фильтровальной бумагой. Осадок кальция виден на дне пробирки.

6. К нему из бюретки приливают 4 мл дистиллированной воды или 4 мл 2 %-ного раствора аммиака и снова центрифугируют в течение 10—15 мин.

7. Вынув из центрифуги пробирки, жидкость сливают, край пробирок вытирают фильтровальной бумагой и, прилив в пробирки по 4 мл дистиллированной воды или 4 мл 2 %-ного раствора аммиака, снова центрифугируют. Аммиак приливают для удаления щавелевокислых соединений, образующихся над осадком кальция. При недостаточном отмывании осадка получают завышенный результат.

8. Промыв осадок и вылив аммиак, к осадку щавелевокислого кальция приливают 1—2 мл 50 %-ной серной кислоты, осадок размешивают стеклянной палочкой и ставят пробирку на 2—3 мин на кипящую водяную баню.

9. Горячий раствор титруют 0,01 н. раствором KMnO_4 до появления бледно-розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с — 1 мин.

10. Одновременно с определением кальция в исследуемой сыворотке ставят так называемый «холостой» опыт, то есть определяют содержание кальция в реактивах и дистиллированной воде. Для этого в центрифужную пробирку наливают 3 мл дистиллированной воды, 0,5 мл щавелевокислого аммония, содержимое перемешивают, через 15 мин центрифугируют, дважды промывают аммиаком, то есть поступают так же, как с исследуемой сывороткой.

Количество марганцовокислого калия, израсходованного на титрование содержимого пробирки в «холостом» опыте,

вычитают из его количества, израсходованного на титрование испытуемой пробы (1 мл 0,01 н. раствора KMnO_4 соответствует 0,2 г кальция).

Пример вычисления кальция. На титрование сыворотки пошло 0,9 мл 0,01 н. раствора KMnO_4 , на титрование содержимого пробирки в «холостом» опыте — 0,28 мл. Отсюда содержание кальция равно $(0,9 - 0,28) \cdot 0,2 \cdot 100 = 12,4 \text{ мг\%}$.

Содержание кальция в сыворотке крови снижается ниже норм при несбалансированности рационов животных по кальцию, неправильном его соотношении с фосфором, при недостатке витамина D, регулирующего усвоение и выделение из организма минеральных веществ. Признаки нарушения минерального обмена и снижение концентрации кальция в сыворотке крови отмечаются часто при неправильной структуре рационов, когда усвоение организмом всех питательных веществ, в том числе минеральных, ухудшается.

Снижение содержания кальция в сыворотке крови коров менее чем до 10 мг% — начальный признак нарушения минерального обмена. При 8,5 мг% кальция и ниже отмечают часто ясно выраженные клинические признаки минерально-витаминной недостаточности.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕОРГАНИЧЕСКОГО ФОСФОРА В СЫВОРОТКЕ КРОВИ

Метод основан на свойстве неорганического фосфора сыворотки крови или крови (после осаждения белков) образовывать с молибденовой кислотой комплексное соединение (фосформолибденовую кислоту), которое восстанавливается в молибденовую синь гидрохиноном и содово-сернистым раствором. Интенсивность синего окрашивания пропорциональна количеству неорганического фосфора в растворе.

Реактивы, посуда, приборы. 20 %-ный раствор трихлоруксусной кислоты; 5 %-ный раствор молибденовокислого аммония (25 г молибденовокислого аммония растворяют в 300 мл дистиллированной воды, при необходимости фильтруют; в другой колбе к 125 мл дистиллированной воды приливают 75 мл концентрированной серной кислоты. Второй раствор соединяют с первым и после охлаждения доводят водой объем до 500 мл); 1 %-ный водный раствор гидрохинона, к 100 мл которого прибавлена одна капля концентрированной серной кислоты (свежий раствор должен быть почти бесцветным; при хранении становится коричневым

и тогда к употреблению непригоден); содово-сернистый раствор готовят перед употреблением в необходимом количестве, так как раствор нестойкий. Для его приготовления берут 25 мл 15 %-ного раствора сернистокислого натрия и соединяют со 100 мл 20 %-ного раствора углекислого натрия, при необходимости фильтруют (растворы сернистокислого и углекислого натрия готовят отдельно из сухих безводных солей. Раствор сульфита натрия хранят в хорошо закрытой склянке в течение 7—10 дней); основной стандартный раствор фосфора (2,197 г химически чистого однозамещенного фосфорнокислого калия, предварительно высушенного в эксикаторе над серной кислотой до постоянной массы) переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, растворяют в дистиллированной воде и добавляют ее до метки, перемешивают, к готовому раствору добавляют 3 мл хлороформа. В 1 мл такого раствора содержится 1 мг фосфора. Перед употреблением основной стандартный раствор разбавляют в 100 раз (в 1 мл рабочего стандартного раствора должно содержаться 0,01 мг фосфора); градуированные пробирки на 10 мл; бюретки; градуированные пипетки на 1, 2 и 5 мл; центрифужные (или обычные) пробирки; мерные колбы вместимостью 100 и 500 мл; центрифуга; фотоэлектроколориметр.

Ход определения. 1. Из бюретки в центрифужные пробирки наливают по 3 мл дистиллированной воды.

2. Сюда же приливают по 1 мл сыворотки крови и по 1 мл трихлоруксусной кислоты (параллельные определения обязательны). Содержимое тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Происходит осаждение белков.

3. Оставляют на 5 мин и центрифугируют 15—20 мин или фильтруют.

4. В пробирки с делениями до 10 мл берут 1,5 мл прозрачного центрифугата (фильтрата) и до 3 мл добавляют дистиллированную воду.

5. Приливают по 0,5 мл молибденовокислого аммония, перемешивают содержимое пробирок встряхиванием.

6. Добавляют по 0,5 мл гидрохинона (пробирки встряхивают), появляется синеватое окрашивание. Пробирки стоят 10 мин.

7. По стенке пробирок приливают тонкой струйкой по 1 мл содово-сернистого раствора, образуется пена. Осторожно встряхивают. При быстром прилитии содово-сернистого раствора и неосторожном встряхивании пена вместе с раствором из пробирок выбрасывается.

8. После того как прошла реакция восстановления (раствор больше не пенится при встряхивании), в пробирки доливают воду, доводя объем содержимого до 10 мл, хорошо перемешивают.

9. Через 10 мин содержимое пробирок колориметрируют на фотоэлектроколориметре при красном светофильтре в кювете с толщиной просвечивающего слоя 10 мм. Нуль прибора электрофотоколориметра устанавливают по «нулевому раствору», который готовят одновременно с проведением исследований сыворотки крови. Для этого в две пробирки с меткой 10 мл берут по 2,5 мл дистиллированной воды и добавляют по 0,5 мл трихлоруксусной кислоты. Затем вносят остальные реактивы, как описано на странице 190, начиная с 5-го пункта.

Рассчитывают содержание неорганического фосфора в сыворотке крови с использованием калибровочного графика (кривой).

Для построения калибровочного графика ставят серию определений, в которых безбелковый центрифугат сыворотки крови заменен рабочим стандартным раствором фосфора.

Последовательность внесения реактивов в пробирки с метками на 10 мл при построении калибровочной кривой указана в табл. 40.

После прилития каждого реактива содержимое пробирок смешивают путем встряхивания. Через 10 мин произ-

40. Последовательность внесения реактивов в пробирки с рабочим раствором фосфора

Реактивы	Номера пробирок					
	1	2	3	4	5	6
Рабочий стандартный раствор фосфора, мл	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0
Трихлоруксусная кислота, мл	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Дистиллированная вода, мл	2,5	2,0	1,5	1,0	0,5	—
Молибденовокислый аммоний, мл	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Гидрохинон, мл	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Содово-сернистый раствор, мл	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Дистиллированная вода	До 10 мл					
Фосфор, содержание в 10 мл жидкости, мг	0,005	0,01	0,015	0,02	0,025	0,03

водят колориметрию на фотоэлектроколориметре. Метод прилития содово-сернистого раствора описан в пункте 7. Содержимое пробирок колориметрируют так же, как при исследовании крови, и вычерчивают калибровочный график.

По горизонтали располагают данные о концентрации фосфора, мг; по вертикали — показатели колориметра.

При каждом исследовании сывороток крови рекомендуют готовить 2—3 стандартных раствора фосфора для построения контрольного графика. При расхождении с показаниями ранее сделанного графика вносят соответствующие поправки, то есть вычисляют поправочный коэффициент, на который умножают содержание фосфора, определенного по формуле. Точность анализа при этом повышается.

Содержание неорганического фосфора в сыворотке крови рассчитывают по формуле

$$x = \frac{C \cdot 100}{V},$$

где x — содержание неорганического фосфора, мг%; C — концентрация фосфора, найденная по калибровочному графику в соответствии с показаниями фотоэлектроколориметра, мг; V — объем сыворотки крови, обычно 0,3 мл (для проведения цветной реакции берут 1,5 мл центрифугата, в котором содержится 0,3 мл сыворотки крови); 100 — коэффициент для пересчета данных в мг%.

Если окраска исследуемой пробы получилась очень интенсивная, то раствор разбавляют дистиллированной водой (разведение учитывают при расчетах).

Нормальное содержание неорганического фосфора в сыворотке крови животных колеблется в следующих пределах, мг%: у коров от 4,5 до 6,0; у телят от 6,5 до 7,0; у свиноматок от 4,0 до 6,0; у овец от 4,5 до 6,0; у ягнят от 6 до 7,5; у лошадей от 4,2 до 5,5; у кур от 5,5 до 7,5.

Содержание неорганического фосфора в сыворотке крови снижается обычно при недостатке фосфора в кормах рациона, несбалансированности последнего по витамину D, неправильном соотношении кальция и фосфора, а также при недостаточном усвоении минеральных веществ.

Если в рационе животных кальций значительно преобладает над фосфором, то это способствует образованию в кишечнике нерастворимых соединений фосфорнокислого кальция и выведению фосфора из организма. Отсюда, целесообразно вводить кальциевые подкормки, например мел, в рационы, недостаточные по фосфору.

Оптимальное отношение кальция к фосфору в рационах

животных может колебаться в пределах 1,5 : 1; 2 : 1 (в рационах рабочих лошадей 1 : 1), а в летний период — 2,5 : 1. Зависит это также от вида, возраста, продуктивности и физиологического состояния сельскохозяйственных животных.

Снижение содержания неорганического фосфора в сыворотке крови взрослых животных до 3—3,5 мг%, а в сыворотке крови молодняка до 3—4 мг% свидетельствует о нарушении фосфорного обмена. Содержание неорганического фосфора в сыворотке крови животных повышается часто при избытке фосфора в кормах, а также весной, особенно после перевода животных на пастбище (благодаря воздействию ультрафиолетовых лучей солнца).

НЕКОТОРЫЕ СВЕДЕНИЯ ПО ТЕХНИКЕ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

ВЕСЫ И ВЗВЕШИВАНИЕ

В зависимости от желаемой точности взвешивания и количества взвешиваемого вещества в лабораториях применяют различные виды весов. Для грубого взвешивания (в пределах от 1 до 5 кг, реже до 10 кг) используют весы чашечные, циферблатные, рычажные и типа безменов. Разновесы к весам держат в специальном футляре. На каждой гирьке обозначена ее масса. Весы устанавливают на горизонтальную поверхность.

При взвешивании веществ нельзя помещать их непосредственно на чашку весов; сначала надо взвесить какую-либо посуду, а затем в ней вещество.

Для более точного взвешивания используют аптечные и химико-технические весы. На первых взвешивают вещества массой до 100 г, на вторых — от 200 г до 0,5 кг. Точность взвешивания 200-граммовых химико-технических весов ± 10 мг.

Химико-технические весы. Вертикальный стержень их укреплен двумя винтами на подставке с ножками, из которых передние — винтовые. В пазы стержня подвижно входит коромысло со стрелкой. На краях коромысла вмонтированы призмы, на которые надевают сережки. К ним с помощью стремян присоединены чашки весов. На серьгах, стремянах и чашках многих таких весов проставлены номе-

ра. При сборке весов детали с одинаковыми номерами соединяют друг с другом. Весы снабжены арретиром в виде ручки или винта. У основания вертикального стержня находится шкала, сбоку него — отвес, а на подставке укреплен конус. Вращением винтов передних ножек весы устанавливают на горизонтальную поверхность строго по отвесу. На уравновешенных весах после опускания арретира стрелка останавливается на нулевом делении шкалы или равномерно отклоняется в обе стороны от нуля. При отклонении стрелки в какую-либо сторону на большее число делений весы уравнивают с помощью балансировочных гаек, находящихся на концах коромысла. Кроме граммовых гирь, разновес для химико-технических весов состоит из гирек массой 10, 20, 50, 100, 200 и 500 мг.

Аналитические весы. Применяются для аналитических работ при точности взвешивания до десятитысячных долей грамма. Устанавливают такие весы стационарно (лучше в специально оборудованной комнате) на прочную поверхность, опирающуюся на кронштейны, укрепленные в капитальной стене. Рядом с весами нельзя ставить нагревательные и отопительные приборы.

Самые ответственные части весов — призмы: средняя, на которую опирается коромысло при взвешивании, и две боковые (на них опираются сережки с подвешенными к ним чашками). Чтобы острые ребра призм не тупились и весы не теряли чувствительность, их всегда надо арретировать (арретир должен быть закрыт). Витрина весов укреплена на основании с тремя ножками, две из которых регулируются. Перед взвешиванием, используя имеющийся в весах отвес или жидкостный уровень, с помощью регулируемых ножек добиваются строго горизонтального положения весов. Затем опускают арретир и чашки весов освобождаются от поддерживающих их подставок; если стрелка колеблется вправо и влево от нуля на неодинаковое число делений, то равновесия добиваются с помощью балансировочных гаек, которые находятся на концах коромысла весов.

При взвешивании на аналитических весах сотые доли грамма определяют с помощью миллиграммовых разновесов, а тысячные и десятитысячные — с помощью рейтера — проволочной П-образной фигурки массой 10 мг. Для этого на коромысле весов имеется шкала с делениями, чаще всего двусторонняя с нулем посередине. Вправо и влево от нуля сделано по десять делений, у каждого деления стоит цифра, цена деления 1 мг (0,001 г). В свою очередь, каждое из этих

делений разделено на 5 частей, цена такого деления составляет 0,0002 г. Рейтер передвигается по коромыслу с помощью специального движка с крючком. Если он опущен на правую часть коромысла (на чашке которой лежат гири), показатели его складывают с массой гирь, если же на левую (с взвешиваемым грузом на чашке) — то необходимо из массы гирь вычесть показатель рейтера.

Разновесы для аналитических весов помещены в футляр, в котором находится пинцет с роговыми или пластмассовыми наконечниками (ими берут гири).

Аналитические демпферные весы АД-200. Эти весы заключены в деревянную остекленную витрину со съемной крышкой, передней поднимающейся стенкой и двумя боковыми выдвижными дверцами. Витрина закреплена на толстой стеклянной пластине или литом основании весов.

К последнему прикреплена колонка с двумя кронштейнами и воздушными успокоителями-демпферами. На колонке находится опорная подушка, на которую опирается средняя призма коромысла весов. На концах коромысла в специальных выемках закреплены грузоприемные призмы, на которые навешиваются серьги с грузоприемными подушками. На верхнем крючке каждой серьги подвешена чашка с дужками, а на нижнем — стаканы воздушных успокоителей, входящие в укрепленные на колонке корпуса демпферов. На коромысле имеется стрелка, а внизу колонки — шкала. Под основанием смонтировано изолирующее устройство весов, приводимое в действие с помощью маховичка-арретира. Весы снабжены задней нерегулируемой ножкой и двумя боковыми регулируемыми. С их помощью весы устанавливают по уровню, находящемуся на основании весов. Под ножки подкладывают амортизационные подставки. Грузоподъемность весов 200 г.

Порядок монтажа аналитических демпферных весов описан в прилагаемой к ним инструкции. Взвешивают на них так же, как и на аналитических весах периодического качания.

При работе с аналитическими весами необходимо соблюдать следующие правила: во время взвешивания пользоваться только боковыми дверками футляра, не поднимая передней; любое вещество взвешивать только в таре (бюксе, цилиндре, стакане, часовом стекле и др.); взвешиваемый предмет класть на левую чашку весов, гири — на правую (граммовые — в центр чашки весов, миллиграммовые — полукругом вокруг граммовых); ставить и снимать груз или

гири, а также передвигать рейтер можно только тогда, когда весы арретированы (арретир закрыт); взвешивать какие-либо вещества или предметы только при температуре, одинаковой с температурой весов; брать разновесы пинцетом; не касаться руками чашек весов; поднимать и опускать арретир не рывком, а плавным поворотом винта до отказа; найденную массу по окончании взвешивания определять сначала по пустым гнездам в футляре (каждая разновеска имеет свое определенное место), а затем по снимаемым разновескам и показателям рейтера (его снимают и отводят рычаг с рейтером влево).

Аналитические весы АДВ-200М и ВЛА-200М. Отличаются они от весов АД-200 тем, что снабжены встроенными в них в виде колец миллиграммовыми гирями, навешиваемыми на планку, скрепленную с правой серьгой. Манипулируют этими гирями с помощью вращающихся рычажками лимбов, расположенных в правой стороне витрины весов. Вращением малого лимба осуществляется наложение или снятие десятков миллиграммов (сотые доли грамма), вращением большого лимба — наложение или снятие сотен миллиграммов (десятые доли грамма). Лимбы вращаются независимо друг от друга.

На коромысле весов укреплена стрелка, на нижнем конце которой расположена микрошкала с десятью делениями в каждую сторону от нуля. Цена большого деления 1 мг. Каждое большое деление разделено на 10 маленьких (цена каждого 0,1 мг).

При взвешивании граммовые гири ставят на чашку весов. Десятые же и сотые доли грамма регистрируют набором рейтеров, навешиваемых на планку правого коромысла с помощью лимбов.

Тысячные и десятитысячные доли грамма определяют по шкале.

Монтаж и проверка установки весов изложены в описании и правилах пользования. К проверке весов можно приступать не ранее чем через 24 ч после их установки. Взвешиваемый груз и разновесы разрешается ставить и снимать только при закрытом изоляторе-арретире. После взвешивания лимбы ставят на нуль (поднимают все кольцевые гири, чтобы не было давления на призмы).

Лабораторные аналитические одноплечные весы. Весы данного типа отличаются тем, что набор гирь на полную нагрузку встроен в гиревой механизм. Помимо набора гирь, участвующих во взвешивании, имеется гиря массой 100 мг

для поверки цены деления микрошкалы. На передней стенке витрины имеется окно счетчика гиревого механизма и экран спроектированной микрошкалы.

Результат измерения массы определяется суммированием показаний счетчика и микрошкалы.

Монтаж весов и порядок работы на них проводят в соответствии с описанием, приведенным в паспорте.

Торзионные весы. Предназначены они для быстрого отвешивания небольших количеств исследуемых веществ. Устанавливают их по уровню, который находится на одной из ножек при основании весов. Для этого вращают винты, находящиеся в ножках. Сбоку весов находится крючок, на который надета чашечка. Рычажок с чашечкой заключены в витрину. На диске весов нанесены деления от 0 до 500 мг с интервалом 1 мг.

Стрелка-указатель передвигается по циферблату рукояткой.

В нижней части коробки расположен рычаг-арретир, которым ставят весы в нерабочее положение. Во время работы их приводят в действие движением рычага по направлению к штативу. В корпусе весов против крючка имеются нулевая метка и небольшая стрелочка-указатель, опускающаяся при помещении груза на крючок. Тогда движением рукоятки перемещают по циферблату большую стрелку, пока маленькая стрелка-указатель не подойдет снова к нулю. Отметка, на которой остановится большая стрелка, и укажет массу чашечки с веществом в миллиграммах; вычитая затем массу чашечки, получают массу вещества.

Существуют торзионные весы, рассчитанные на максимальную нагрузку 20 и 100 мг; наименьшее деление шкалы у первых 0,02 мг, у вторых — 0,1 мг.

ФОТОКОЛОРИМЕТРИЯ

Фотоколориметрический анализ основан на получении окрашенного соединения для последующего измерения интенсивности его окраски при помощи фотоэлектроколориметра. При этом уменьшение интенсивности светового луча, проходящего через окрашенный раствор исследуемого вещества, зависит от его концентрации. Колориметрирование с применением фотоэлементов и светофильтров позволяет уменьшить ошибку при измерении интенсивности окрашивания до 0,1 %.

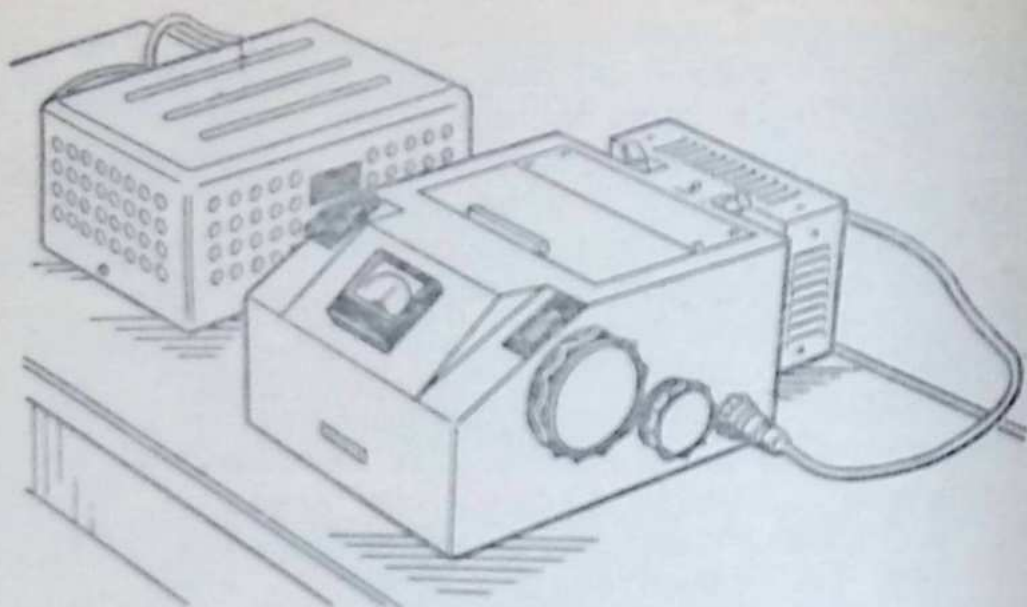


Рис. 14. Фотоэлектроколориметр 56М

Принцип работы фотоэлектроколориметра заключается в измерении гальванометром силы электрического тока, возникающего в фотоэлементе при попадании на него луча света, прошедшего через окрашенный раствор испытуемого вещества. Сила тока, возникающая в фотоэлементе, пропорциональна силе света. Поэтому, измеряя силы тока, можно определить интенсивность излучения.

Сравнивая два окрашенных раствора, можно измерить разницу силы тока, вызванную различной степенью освещенности, и по ней определить концентрацию исследуемого раствора. При работе с фотоэлектроколориметром важно правильно выбрать кювету и светофильтр. Приборы ФЭК-М, ФЭК-56М (рис. 14) снабжены набором кювет с расстоянием между рабочими гранями от 1 до 50 мм. При более интенсивной окраске раствора применяют кюветы с малой рабочей длиной (1—5 мм), а при менее интенсивной окраске — кюветы с большей рабочей длиной.

Для увеличения точности измерения пользуются светофильтрами. Они предназначены для получения пучка света с приблизительно одинаковой длиной волны, в значительной степени поглощаемого исследуемым веществом. При правильно подобранном светофильтре, с помощью которого удаляется «бесполезная» часть спектра, можно получить более точные фотометрические измерения. Светофильтр подбирают так, чтобы длина волны пропускаемого им света соответствовала длине волны, поглощаемой анализируемым окрашенным раствором. Светофильтры подбирают опытным путем. Для этого раствор наливают в кювету и измеряют его

оптическую плотность при всех светофильтрах. По полученным таким образом данным строят кривую, откладывая по горизонтальной оси показатели длины волн, соответствующие наибольшему светопропусканию светофильтров, а по вертикальной оси — соответствующие значения оптической плотности раствора. На кривой отмечают участок, оптическая плотность которого характеризуется значительной величиной, располагающейся параллельно горизонтальной оси. При выборе светофильтров можно пользоваться данными табл. 41.

Выбор по этим данным светофильтров ориентировочный, поскольку растворы одинакового цвета могут избирательно поглощать лучи с разной длиной волны. Чтобы правильно выбрать светофильтр, нужно знать спектрофотометри-

41. Характеристика светофильтров

Окраска исследуемого вещества	Длина волны поглощенного света, ММК	Цвет необходимого светофильтра	Длина волны пропускаемого света, ММК
Зеленовато-желтая	400	Фиолетовый	400—430
Желтая	425	Синий, фиолетовый	420—450
Оранжевая	450	Синий	430—460
Красная	490	Зеленый	460—500
Пурпурная	510	»	490—530
Фиолетовая	530	Зелено-желтый	520—550
Красно-синяя	550	Желтый	520—550
Синяя	590	Оранжевый	590
Сине-зеленая	640	Красный	600—650

ческую кривую исследуемого вещества. Брать следует светофильтр, пропускающий лучи в области, где поглощение исследуемым веществом максимальное.

Колориметр-нефелометр фотоэлектрический ФЭК. Предназначен он для определения концентрации различных веществ в жидких растворах колориметрическим (фотометрическим) методом, а также для измерения коэффициента пропускания или оптической плотности веществ по отношению к растворителю и по отношению к стандартному раствору. Прибор позволяет также измерять светорассеивание взвесей, эмульсий и коллоидных растворов в проходящем свете.

Устройство электрофотокolorиметров подробно изложено в инструкции к ним. Ниже кратко описана лишь техника колориметрирования. Так как методика определения

концентрации вещества в окрашенных и мутных растворах одинакова, то основные приемы работы на приборе сходны и при колориметрических, и при нефелометрических измерениях. Начинают измерения с помощью прибора спустя 30 мин после включения блока питания. За это время электросхема прибора будет прогрета, что обеспечивает достаточно стабильный режим ее работы. При работе с ртутной лампой ее включают за 10—15 мин до начала измерения после 30-минутного предварительного прогрева электросхемы с лампой СИ-98. Ртутную лампу оставлять надолго включенной не следует, так как от этого сокращается срок ее службы и перегреваются светофильтры.

Перед каждым измерением рабочие поверхности кювет тщательно протирают. За их рабочие поверхности нельзя брать пальцами (ниже уровня жидкости в кювете): от загрязнения или капель раствора на рабочих поверхностях кювет результаты измерений искажаются. Перед началом работы выверяют нулевое показание прибора.

В левом световом пучке на все время измерения устанавливают кювету с растворителем. Если растворитель не окрашен, можно в левый пучок ставить кювету с дистиллированной водой. Иногда кювету в левый световой пучок не ставят, при этом не исключено разогревание левого фотоэлемента теплом светового пучка. Известно, что вода и водные растворы хорошо поглощают тепловые лучи.

Техника измерения оптической плотности или коэффициента светопропускания раствора. Измерять эти параметры раствора можно двумя способами: путем отсчета показаний по левому или по правому барабану. Выбор того или иного способа измерений зависит от диапазона измеряемых величин.

Первый способ измерения. Под правый пучок света помещают кювету с исследуемым раствором, а под левый — такую же кювету с растворителем. Индекс левого барабана устанавливают на нулевое деление шкалы оптической плотности (100 % по шкале светопропускания). Вращением круговых фотометрических клиньев стрелку гальванометра устанавливают на нуль, причем сначала при положении первого, а затем второго переключателя. Затем под правый пучок света помещают кювету с растворителем, при этом стрелка гальванометра отклоняется от нулевого положения. Вращением измерительных барабанов ее вновь устанавливают на нуль. Величину оптической плотности раствора отсчитывают по левому барабану.

Второй способ измерения. Под правый и левый пучки света помещают кюветы с растворителем. Индекс правого барабана устанавливают на нулевое деление шкалы оптической плотности. Вращением круговых фотометрических клиньев стрелку гальванометра также устанавливают на нуль. Затем под правый пучок света помещают кювету с исследуемым раствором. Стрелка гальванометра при этом отклоняется от нулевого положения. Вращением измерительных барабанов увеличивают ширину щелевой диафрагмы и устанавливают стрелку гальванометра снова на нуль. Величину оптической плотности раствора отсчитывают по правому барабану. Выбранного способа измерения следует придерживаться на протяжении исследования данного вещества. Нельзя снимать показания то с левого, то с правого барабана.

Расчеты ведут по калибровочному графику. Составление таких графиков изложено в частных методиках.

Наиболее совершенный, хотя и более сложный, прибор — спектрофотометр, на котором измеряют интенсивность поглощения света в отдельных узких участках спектра. На спектрофотометре лучше устраняется влияние посторонних окрашенных соединений. Можно измерять на нем поглощение ультрафиолетовой и инфракрасной частей спектра.

РАСТВОРЫ И ИХ ПРИГОТОВЛЕНИЕ

По точности выражения концентрации растворы делят на приблизительные и точные. Концентрация приблизительных растворов выражается в большинстве случаев в весовых, реже в объемных процентах. Вещества, используемые для приготовления приблизительных растворов, взвешивают на химико-технических или технических весах.

Процентные растворы. При выражении концентрации в весовых процентах указывают число граммов растворенного вещества в 100 г данного раствора.

Например, в 100 г 10 %-ного раствора азотнокислого аммония содержится 10 г данной соли.

Многие вещества, используемые для анализа, — кристаллогидраты. Они содержат кристаллизационную воду ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ и т. д.). Приготавливая из таких веществ растворы, необходимо обязательно учитывать содержание этой воды.

Предположим, требуется приготовить 2 кг 10%-ного раствора сернокислого натрия из его кристаллогидрата $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Сначала рассчитывают, сколько потребуется для этого безводной соли:

$$x = \frac{10 \cdot 2000}{100} = 200 \text{ г.}$$

Следовательно, надо взять 200 г безводной соли.

Соответствующее количество десятиводной соли находят следующим образом. Вычисляют молекулярную массу Na_2SO_4 . Она равна 142,041. Молекулярная масса кристаллогидрата составляет 322,195, или округленно 322,20. Таким образом, если 142,04 г Na_2SO_4 содержится в 322,2 г кристаллогидрата, то 200,0 г Na_2SO_4 — в 453,7 г кристаллогидрата $\frac{200 \cdot 322,2}{142,04}$.

Следовательно, для приготовления 2 кг 10%-ного раствора надо взять 453,7 г кристаллогидрата и 1546,3 г воды (2000—453,7).

На каждый сосуд с раствором обязательно наклеивают этикетку с указанием соли, из которой он приготовлен, например 10 %-ный раствор Na_2SO_4 , 25 %-ный раствор $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

Раствор, концентрация которого выражена в объемных процентах, готовят по-другому. Для этого отвешивают нужное количество вещества (например, 10 г). Переносят его в мерную посуду (в мерную колбу на 100 мл) и наполняют ее водой до метки. После смешивания в посуде будет находиться раствор данного вещества, концентрация которого равна 10 объемным процентам.

Точные растворы. Для характеристики точных растворов используют понятия: 1) нормальность; 2) молярность; 3) титр. Для приготовления точных растворов вещества отвешивают только на аналитических весах (на часовом стекле или в бюксе) с точностью до четвертого знака после запятой. Отвешенное вещество небольшими порциями высыпают в чистую сухую воронку, вставленную в чисто вымытую мерную колбу. Из промывалки несколько раз небольшими порциями воды обмывают бюксу или часовое стекло, в котором взвешивали вещество. Все порции воды вливают затем в воронку, которую после этого также несколько раз обмывают дистиллированной водой. Вначале растворитель должен занимать не более половины мерной колбы. Закрыв ее пробкой, воду перемешивают до полного растворения твердого вещества, после чего добавляют воду до метки и содержимое снова тщательно перемешивают.

Молярность растворов. Молярным называется раствор, в 1 л которого содержится один грамм-моль растворенного вещества. Моль (грамм-молекула) — число граммов веще-

ства, равное его молекулярной массе. 0,1 моля называют децимолем, 0,01 моля — сантимолем, 0,001 моля — миллимолем.

Так, для $K_2Cr_2O_7$ один моль составляет 294,22 г, децимоль — 29,422 г, сантимоль — 2,9422 г и т. д.

Соответственно этому при содержании в 1 л раствора 1 моля вещества получают молярный раствор (М), при содержании 1 децимоля — децимолярный (0,1 М), 1 сантимоль — сантимольный раствор (0,01 М) и т. д.

Например. В 1 л 1 М раствора $K_2Cr_2O_7$ содержится 294,2200 г этой соли, в 1 л 0,1 М раствора — 29,4220 г и в 1 л 0,01 М раствора — 2,9422 г двуххромовокислого калия.

Нормальность растворов. Концентрацию рабочих растворов чаще выражают нормальностью. Нормальность (н.) — число грамм-эквивалентов (г·экв.) вещества, содержащегося в 1 л раствора.

Эквивалент вещества — весовое количество его, которое может при химических реакциях присоединять или замещать одну (1,008) весовую часть водорода или 8 весовых частей кислорода.

Количество граммов данного вещества, численно равное его эквиваленту, называется грамм-эквивалентом (г·экв.).

Раствор, в 1 л которого содержится 1 г·экв. вещества, называется нормальным (н.) или однонормальным.

Для большинства аналитических целей и работ чаще используют 0,1, 0,2, 0,3 н. и т. д. растворы. Их называют соответственно деци-, двудеци-, тридецинормальными. В 1 л их содержится 0,1; 0,2; 0,3 и т. д. грамм-эквивалента вещества.

Сотые доли грамм-эквивалента вещества в 1 л содержат сантинормальные растворы (0,02 г·экв. — 0,02 н. — двусантинормальный раствор), тысячные доли грамм-эквивалента — миллинормальные растворы (0,002 н. — двумилли-нормальный раствор). Растворы с определенной нормальностью очень удобно готовить из фиксаналов.

Точную концентрацию рабочего раствора можно выражать в виде титра. Титр раствора — содержание вещества в граммах в 1 мл раствора.

Например, при содержании в 1 л раствора 5,843 г серной кислоты титр его будет равен

$$T = \frac{5,843}{1000} = 0,005843 \text{ г/мл.}$$

Кроме молярных и нормальных растворов, при анализах, особенно колориметрии, нередко используют стандартные (эмпирические) растворы с разными, точно определенными концентрациями исследуемых веществ, например содержащие в 1 мл 0,1; 0,01; 0,001 мг вещества. Для приготовления таких растворов используют вещества, тщательно очищенные перекристаллизацией, а также реактивы, проданные с квалификацией ч. д. а. или х. ч., спектрально чистые, особой чистоты.

Общие принципы расчетов концентрации рабочих растворов при объемном анализе. Объемные методы анализа применяют при исследовании кормов и крови животных. Формулы и примеры расчетов, проводимых при приготовлении рабочих растворов точной концентрации, а также для определения концентрации исследуемых растворов по результатам титрования их рабочими растворами, приводятся ниже.

1. *Вычисление нормальности раствора.* Для таких расчетов используют формулу

$$n = \frac{M \cdot 1000}{\mathcal{E} \cdot V},$$

где n — нормальность раствора; M — масса растворенного вещества, г; V — объем, в котором растворено данное вещество, мл; $\mathcal{E}$ — грамм-эквивалент вещества; 1000 — общий объем раствора, мл.

Нормальность раствора вычисляют с точностью до четвертого знака (например, 0,0567).

Предположим, 5 г H_2SO_4 растворили в 250 мл воды. Молекулярная масса серной кислоты равна 98,08; грамм-эквивалент — 49,04. Подставив соответствующие данные в формулу, получим

$$n = \frac{5 \cdot 1000}{49,04 \cdot 250} = 0,4078.$$

2. *Расчет количества вещества, необходимого для получения раствора нужной нормальности.* Вычисление ведут по формуле

$$Q = \frac{n \cdot V \cdot \mathcal{E}}{1000},$$

где Q — масса вещества, г; n — нормальность раствора; $\mathcal{E}$ — грамм-эквивалент вещества; V — объем раствора, который нужно приготовить, мл.

Например, следует приготовить 500 мл 0,05 н. раствора $K_2Cr_2O_7$, грамм-эквивалент которого равен 294,22 г. Для этого потребуется двуххромовокислого калия

$$Q = \frac{0,05 \cdot 500 \cdot 294,22}{1000} = 7,3555 \text{ г.}$$

3. *Установление нормальности исследуемого раствора по результатам его титрования известным рабочим раствором.* При работе с нормальными растворами определяют сначала нормальность неизвестного раствора, затем количество содержащегося в нем неизвестного вещества. При такого рода объемных определениях пользуются формулой

$$n. = \frac{n_1 \cdot V_1}{V},$$

где $n.$ и n_1 — нормальность неизвестного и известного растворов; V — объем раствора, мл, нормальность которого устанавливают; V_1 — объем известного (титрованного) рабочего раствора, мл, израсходованного на титрование неизвестного раствора.

Допустим, на реакцию с 10 мл исследуемого раствора NaOH затрачивали по 15 мл 0,05 н. соляной кислоты. Следовательно, нормальность NaOH будет равна

$$n. = \frac{0,05 \cdot 15}{10} = 0,0750.$$

4. *Установление количества вещества, содержащегося в определенном объеме исследуемого раствора.* Используя нормальность исследуемого раствора, вычисленную по результатам его титрования, и зная общий его объем, определяют количество исследуемого вещества в данном объеме. Для этого необходимо знать величину грамм-эквивалента исследуемого вещества. Общее количество вещества, содержащееся в общем объеме исследуемого раствора, находят по формуле

$$Q = \frac{n. \cdot V \cdot \mathcal{E}}{1000},$$

где Q — общее количество вещества в исследуемом растворе г.; $n.$ — нормальность исследуемого раствора; V — общий объем исследуемого раствора, мл; $\mathcal{E}$ — грамм-эквивалент вещества.

Предположим, имеется 250 мл раствора NaOH, нормальность которого составляет 0,0750, и грамм-эквивалент 40. Отсюда в 250 мл этого раствора будет содержаться

$$\frac{0,0750 \cdot 250 \cdot 40}{1000} = 0,75 \text{ г NaOH.}$$

Если нормальность исследуемого раствора не вычисляют, то используют следующую формулу:

$$Q = \frac{n_1 \cdot V_1 \cdot B \cdot \mathcal{E}}{V \cdot 1000},$$

где Q — количество вещества в объеме исследуемого раствора, г; n_1 — нормальность рабочего раствора; V_1 — объем рабочего рас-

вора, израсходованного на титрование, мл; V — объем исследуемого раствора, взятого для титрования, мл; B — общий объем исследуемого раствора, мл; $Э$ — грамм-эквивалент исследуемого раствора.

В приведенном выше примере в 250 мл раствора будет содержаться $\frac{0,05 \cdot 15 \cdot 250 \cdot 40}{10 \cdot 1000} = 0,75$ г NaOH (0,05 — нормальность рабочего раствора соляной кислоты; 15 — количество миллилитров этой кислоты, затраченное при титровании на реакцию с 10 мл исследуемого раствора NaOH).

5. *Расчет коэффициента нормальности.* Иногда пользуются коэффициентом нормальности — отношением нормальности приготовленного раствора к его теоретической нормальности:

$$K = \frac{n}{n_0},$$

где n — нормальность приготовленного раствора; n_0 — нормальность теоретическая.

Эта поправка обозначает количество миллилитров точного нормального (теоретического) раствора, соответствующее 1 мл приготовленного (фактического) раствора. При умножении показателей титрования (в миллилитрах) на эту поправку результат (объем) приводят к объему раствора точной концентрации, например 0,1 н. раствору.

Так как объемы растворов реагирующих веществ обратно пропорциональны их концентрациям (титрам), то коэффициент нормальности определяют также по отношению объемов растворов:

$$\frac{V_2}{V} = \frac{n}{n_0}; \quad K = \frac{V_0}{V}.$$

Целесообразно, однако, готовить растворы точно и при соответствующих расчетах обходиться без этой усложняющей их поправки.

6. *Расчет объема воды, добавляемой к исходному раствору для доведения его до требуемой нормальности.* Предположим, 1000 мл 0,1057 н. раствора серной кислоты нужно развести водой, чтобы его нормальность стала точно равна 0,1000. Новый больший объем можно рассчитать, исходя из соотношения

$$\frac{V}{V_1} = \frac{n_1}{n}, \quad \text{откуда} \quad V_1 = \frac{V \cdot n_1}{n},$$

где V — объем исходного раствора, мл; V_1 — объем вновь полученного раствора, мл; n_1 — нормальность вновь полученного раствора; n — нормальность исходного раствора.

Подставив в формулу приведенные выше данные, получим

$$V_1 = \frac{1000 \cdot 0,1057}{0,1} = 1057 \text{ мл.}$$

Следовательно, если 1000 мл (1 л) 0,1057 н. H_2SO_4 превратить в 0,1000 н. раствор, его объем возрастет с 1000 до 1057 мл, или на 57 мл ($V_1 - V = V_2$). Именно столько (57 мл) воды нужно добавить к исходному объему имеющейся более концентрированной серной кислоты, чтобы превратить ее в точно 0,1 н. раствор.

Примерно так же поступают, если нужно превратить имеющийся раствор в раствор с меньшей концентрацией вещества. Для этого вначале находят объем разбавленного (конечного) раствора, подставляя конкретные величины в следующую формулу:

$$V_1 = \frac{V \cdot C}{C_1},$$

где V — объем исходного раствора, мл; C_1 — концентрация раствора, который нужно приготовить; C — концентрация исходного раствора.

Далее по формуле $V_1 - V = V_2$ находят количество воды, которое нужно добавить к исходному раствору, чтобы получить новый раствор нужной концентрации.

7. *Расчет титра раствора.* Проводят его по формуле

$$T = \frac{M}{V},$$

где T — титр раствора (количество граммов вещества в 1 мл его); M — масса вещества, г; V — объем раствора, в котором содержится это вещество, мл.

При определении титра раствора вычисления ведут до четырехзначных цифр, не считая предшествующих им нулей (например, до 0,0005485).

8. *Вычисление титра исследуемого раствора.* От нормальности, то есть количества грамм-эквивалентов вещества в 1 л раствора, легко перейти к массе находящегося в нем вещества в граммах (P). Для этого нормальность раствора умножают на величину грамм-эквивалента вещества ($P = n \cdot \mathcal{E}$). Затем переходят к расчету титра раствора, учитывая, что последний показывает, сколько граммов вещества содержится в 1 мл:

$$T = \frac{n \cdot \mathcal{E}}{1000}.$$

Следовательно, титр раствора равен произведению нормальности его на грамм-эквивалент, деленному на 1000.

Концентрацию рабочих растворов удобно выражать «титром на определяемое вещество». Это показывает, скольким граммам исследуемого вещества соответствует по реакции 1 мл затраченного рабочего раствора.

Предположим, имеется 0,05 н. рабочий раствор соляной кислоты. Нужно рассчитать, какому количеству граммов NaOH соответствует по реакции 1 мл этой кислоты (титр соляной кислоты на едкий натр).

Находят этот показатель по формуле

$$T_{\text{HCl/NaOH}} = \frac{n_{\text{HCl}} \cdot \mathcal{E}_{\text{NaOH}}}{1000},$$

где n_{HCl} — нормальность HCl; $\mathcal{E}_{\text{NaOH}}$ — грамм-эквивалент NaOH.

Подставив в формулу соответствующие данные, получим

$$T_{\text{HCl/NaOH}} = \frac{0,05 \cdot 40}{1000} = 0,002 \text{ г.}$$

Следовательно, 1 мл 0,05 н. раствора HCl будет соответствовать по реакции 0,002 г едкого натра.

Таким образом, готовить точные 0,1 или 0,5 н. растворы необязательно, так как всегда можно определить, какое количество искомого вещества соответствует 1 мл раствора кислоты, щелочи или другого реактива известной нормальности.

Например, титр азота по 0,1 н. кислоте равен 0,0014 г (1 мл 0,1 н. кислоты эквивалентен 0,0014 г азота). Допустим, нормальность кислоты составляет 0,1157. Грамм-эквивалент азота 14.

По формуле $T = \frac{n \cdot \mathcal{E}}{1000}$ вычислим титр азота для 0,1157 н. раствора кислоты. Он будет равен $\frac{0,1157 \cdot 14}{1000} = 0,0016198$.

Следовательно, округленно 0,0016 г азота соответствует 1 мл 0,1157 н. кислоты.

Метод нейтрализации (алкалиметрия или ацидиметрия). Используют его для определения количества кислоты, израсходованной при титровании рабочим раствором основания, а также для определения содержания оснований по затраченному титрованному раствору кислоты. Метод основан на взаимной нейтрализации кислот и оснований, наступающей в точке их эквивалентности. Применяют в таких случаях титрованные растворы соляной и серной кислот,

растворы едкого натра и едкого кали. Чтобы установить точку эквивалентности в момент нейтрализации, используют индикаторы — вещества, изменяющие свою окраску в зависимости от изменения рН раствора.

1. *Рабочие растворы кислот.* Вначале готовят растворы кислот приблизительной концентрации и определяют их нормальность. Для соляной и серной кислот ее устанавливают обычно по буре, безводному углекислому натрию или по титрованным растворам щелочей.

В лаборатории чаще пользуются соляной и серной кислотами. Их продают в виде концентрированных растворов серного ангидрида и хлористого водорода. В первую очередь устанавливают процентное содержание последних в продаваемых кислотах, определяя их плотность ареометром. По соответствующей таблице, исходя из плотности, устанавливают концентрацию. На основании полученных данных вычисляют объем данной кислоты, необходимый для приготовления заданного количества кислоты нужной концентрации.

Н а п р и м е р, нужно приготовить 20 л 0,1 н. раствора соляной кислоты. Ее молекулярная масса равна 36,465 г, а грамм-эквивалент — 36,465. Вначале по приведенной на странице 206 формуле рассчитывают количество хлористого водорода, необходимого для приготовления 20 л 0,1 н. раствора:

$$Q = \frac{0,1 \cdot 20\,000 \cdot 36,465}{1000} = 72,930 \text{ г.}$$

Далее определяют, в каком объеме купленной кислоты содержится 72,93 г хлористого водорода.

Допустим, плотность кислоты по ареометру составляет 1,19 г/см³. По таблице такой ее плотности соответствует концентрация, равная 37,23 % (в 100 г купленного раствора кислоты содержится 37,23 г хлористого водорода). Отсюда, чтобы в требуемом 0,1 н. растворе кислоты содержалось 72,93 г хлористого водорода, купленной соляной кислоты нужно взять 195,89 г.:

$$\left(x = \frac{100 \cdot 72,93}{37,23} \right).$$

Наконец, разделив найденную массу этой кислоты на ее плотность, определяют объем нужного количества кислоты:

$$\frac{195,89}{1,19} = 164,6 \text{ мл.}$$

Таким образом, чтобы в растворе содержалось 72,93 г хлористого водорода, нужно отмерить 164,6 мл купленной кислоты. Для получения приблизительно 0,1 н. раствора соляной кислоты к найденному объему продаваемого ее препарата следует добавить около 20 л (19,83 л) дистиллированной воды.

В ряде руководств есть таблицы, с помощью которых по плотности кислоты можно непосредственно найти ее содержание (в граммах) в 1 л раствора.

Предположим, требуется приготовить 20 л 0,1 н. раствора серной кислоты (молекулярная масса 98,09; грамм-эквивалент 49,045) из ее препарата, плотность которого по ареометру равна 1,84 г/см³. Согласно описанному выше способу, для получения 20 л ее 0,1 н. раствора необходимо взять 98,09 г H₂SO₄. По таблице справочника находят, что 1 л исходной серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ весит 1759 г. Отсюда 98,09 г кислоты соответствует объем, равный 55,76 мл $\left(\frac{98,09 \cdot 1000}{1759} \right)$.

Следовательно, чтобы приготовить 20 л 0,1 н. раствора серной кислоты, необходимо взять 56 мл кислоты плотностью 1,84 г/см³. Последнюю необходимо осторожно внести в небольшое количество дистиллированной воды (3—4 л) и тщательно перемешать, затем, постепенно и хорошо перемешивая раствор, добавить остальную воду.

Растворы кислот, приготовленные указанным способом, еще не являются рабочими. Перед использованием для анализа нужно точно установить их нормальность по буре или безводному карбонату натрия. После растворения нужного количества каждого из этих веществ получают эталонные растворы определенной концентрации, по которой можно дать точную характеристику титра и нормальности растворов кислот и оснований.

2. *Установление нормальности кислот по карбонату натрия.* Соляная кислота и карбонат взаимодействуют по следующему уравнению:



Для установления нормальности кислоты готовят 0,1 н. раствор карбоната натрия (грамм-эквивалент Na₂CO₃ равен 52,997). Для этого 5,2997 г его безводной соли переносят через воронку в мерную колбу на 1 л и добавляют в нее дистиллированной воды до метки. Раствор тщательно перемешивают. В 3—4 конические колбочки на 100—200 мл пипеткой Мора берут по 25 мл полученного раствора карбоната, добавляют по 2—3 капли раствора метилового красного и титруют кислотой до перехода желтой окраски раствора в розовую.

Для приготовления 0,1 н. раствора карбоната обычно используют фиксаж углекислого натрия.

Способы расчета титра и нормальности кислот приведены на страницах 206—210.

3. *Растворы щелочей.* Приготовление 0,1 и 0,5 н. растворов NaOH. В жаростойкой стеклянной или фарфоровой посуде готовят насыщенный, не содержащий карбонатов раствор NaOH (молекулярная масса 39,997; грамм-эквивалент 39,997). Для этого едкий натр (х. ч. или ч. д. а.) растворяют в равном по массе количестве воды. После охлаждения сильно разогревшегося при реакции раствора его оставляют стоять на 2—3 недели в склянке или цилиндре под резиновой пробкой. Примесь карбоната натрия при этом выпадает в осадок и оседает на дно цилиндра.

Концентрацию полученного раствора определяют по его плотности и данным соответствующей таблицы или титрованием.

Для изготовления, например, титрованного раствора едкого натра 2 мл прозрачного концентрированного препарата NaOH переносят пипеткой в мерную колбу на 250 мл и разбавляют водой до метки. Содержимое этой колбы титруют затем 0,1 н. раствором серной или соляной кислоты описанным выше способом. Нормальность исходного насыщенного раствора щелочи рассчитывают по формуле, приведенной на странице 206.

Предположим, на титрование 25 мл этого раствора NaOH израсходовано 24 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты. Следовательно, нормальность разведенного раствора NaOH составит $\frac{0,1 \cdot 24}{25} = 0,096$.

Затем рассчитывают, сколько граммов NaOH содержится в 250 мл разведенного или в 2 мл приготовленного концентрированного раствора: $\frac{0,096 \cdot 250 \cdot 40}{1000} = 0,960$,

где 40 — грамм-эквивалент NaOH). Следовательно, в 2 мл концентрированного раствора NaOH, лишенного карбонатов, содержится 0,960 г, а в 1 мл — 0,480 г основания. Из этой величины исходят при изготовлении из данного раствора разведенных растворов едкого натра.

Допустим, требуется приготовить 20 л 0,5 н. раствора NaOH. Для приготовления 1 л такого раствора расходуют 20 г щелочи, а на 20 л понадобится 400 г. Если в 1 мл концентрированного раствора щелочи содержится 0,480 г NaOH, то 400 г NaOH соответствует $\frac{1 \cdot 400}{0,480} = 833,33$ мл концентрированного раствора щелочи.

Таким образом, при использовании 400 г NaOH надо отмерить 833,3 мл концентрированного, но не содержащего карбонатов раствора щелочи и для получения 20 л 0,5 н. раствора добавить соответствующее количество воды.

Концентрированные, насыщенные растворы щелочи хранят в бутылках, покрытых изнутри парафином и плотно закрытых пробкой, залитой сверху парафином (заливают после каждого взятия пробы). Приготовленные для анализа растворы оснований еще не являются рабочими. Перед употреблением устанавливают их точную концентрацию, как и при использовании растворов кислот. В практике анализов титр растворов щелочи устанавливают по 0,1 н. раствору соляной или серной кислоты. Для этого в коническую колбу на 250 мл вливают из бюретки 25 мл 0,1 н. раствора NaOH, приливают 3—4 капли раствора метилового красного и титруют 0,1 н. раствором HCl до исчезновения желтой и появления розовой окраски. Титруют трижды. По средним показателям титрования находят нормальность и титр раствора (см. страницы 206—210).

Если резких колебаний температур не отмечается, то концентрацию щелочей в процессе их хранения проверяют не реже одного раза в 3 месяца.

Приготовление раствора перманганата калия. Приготовление 0,1 н. раствора. Крупнокристаллический реактив (х. ч. или ч. д. а.) перманганата калия (молекулярная масса 158,04; грамм-эквивалент в кислой среде 31,608) предварительно измельчают в фарфоровой ступке. Примерно 3,2 г этой соли высыпают в стакан вместимостью 0,5 л (или 1 л), приливают 250 мл прокипяченной и охлажденной до 40—50 °С дистиллированной воды, содержимое взбалтывают стеклянной палочкой (перманганат калия растворяется в воде довольно медленно). После полного растворения кристаллов жидкость переносят в мерную колбу на 1 л и дополняют водой до метки, после чего хорошо взбалтывают. В первые дни после приготовления раствора концентрация его неустойчива вследствие разложения KMnO_4 , поэтому раствор в течение 10—14 дней держат в закрытой бутылке в темном месте. Лишь после этого приступают к установлению его точной концентрации.

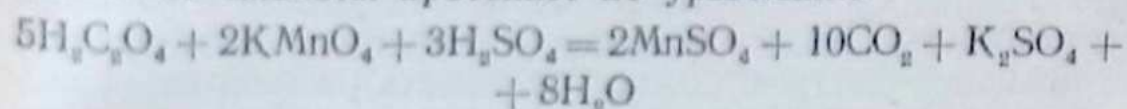
Если нужно приготовить 10 л или более раствора KMnO_4 , берут соответственно большее количество соли и разводят ее в нужном количестве воды. Далее поступают так, как описано выше.

Для быстрого приготовления небольшого количества титрованного раствора перманганата калия необходимое количество KMnO_4 (х. ч.) растворяют в соответствующем объеме воды. Затем раствор доводят до кипения и выдерживают в течение 1 ч на кипящей водяной бане для окисления

примесей. При выпадении осадка MnO_2 раствор фильтруют через воронку с освобожденным от органических примесей асбестом, стеклянной ватой или пористой стеклянной пластинкой. После охлаждения раствора до комнатной температуры в склянке с притертой пробкой устанавливают его нормальность.

Растворы перманганата калия сохраняют в бутылках из темного стекла, склянках, покрытых снаружи черным лаком или оклеенных черной бумагой. Так как нормальность растворов $KMnO_4$ изменяется при соприкосновении с резиной, то при титровании пользуются бюретками со стеклянными кранами. Для установления нормальности раствора перманганата калия лучше использовать растворы щавелево-кислого натрия или щавелевой кислоты.

Установление нормальности $KMnO_4$ по щавелевой кислоте. Реакция взаимодействия марганцовокислого калия и щавелевой кислоты протекает по уравнению

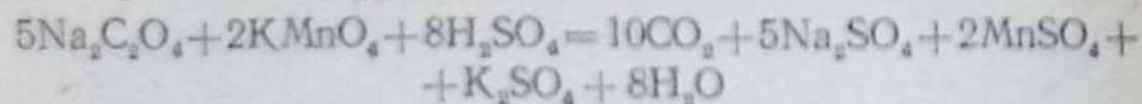


Для приготовления 1 л 0,1 н. раствора 6,3035 г перекристаллизованной щавелевой кислоты (молекулярная масса 126,07; грамм-эквивалент 63,035) переносят в литровую мерную колбу и растворяют в воде. Очень удобно также использовать для этого фиксанал щавелевой кислоты.

Для установления нормальности раствора перманганата калия в 3—4 конические колбы пипеткой Мора берут по 25 мл раствора щавелевой кислоты, приливают туда по 5 мл раствора серной кислоты (1 : 1) и нагревают содержимое колб до 80—90 °С (почти до кипения). Затем горячую жидкость медленно титруют раствором перманганата калия. В процессе титрования содержимое колб подогревают. Перманганат калия приливают по каплям, пока раствор щавелевой кислоты не окрасится в бледно-розовый цвет. Израсходованный на титрование перманганат отсчитывают в бюретке по верхнему краю мениска с точностью до сотых долей миллилитра. Нормальность раствора перманганата калия рассчитывают по общепринятой методике (см. страницы 206 и 207).

Установление нормальности $KMnO_4$ по щавелевокислому натрию. Для этого можно использовать 0,1 н. раствор щавелевокислого натрия (молекулярная масса 134,004; грамм-эквивалент 67,002), приготовленный из фиксанала или из перекристаллизованного и высушенного препарата. Реак-

ция протекает по уравнению:



Взвесив на аналитических весах 6,7002 г $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, растворяют его в воде в мерной колбе на 1000 мл. После тщательного перемешивания содержимого для определения используют 25 мл жидкости, прибавляют к ней 5 мл раствора H_2SO_4 (1 : 1) и 20 мл горячей воды, нагревают содержимое до 70—80 °С (почти до кипения) и титруют его раствором KMnO_4 при постоянном сильном помешивании до появления слабо-розового окрашивания. Первые капли перманганата калия обесцвечиваются очень медленно, так как в реакционной среде нет ионов Mn^{2+} , каталитически ускоряющих реакцию. Поэтому титровать сначала надо очень медленно, не прибавляя последующей капли раствора, пока предыдущая полностью не обесцветится. С появлением в растворе ионов Mn^{2+} реакция окисления ускоряется, поэтому титровать можно быстрее. Однако приливать раствор перманганата струей не следует. Титрование заканчивают при появлении не исчезающей в течение 1 мин розовой окраски раствора.

Трилометрия — объемно-аналитический метод. Определения в трилометрии основываются на учете расходования трилона Б (двунариевая соль этилендиамина тетрауксусной кислоты, комплексон III, титрплекс III, иргалон, версен, эдта, хелатон III), образующего комплексные соединения с ионами некоторых металлов. Рабочим раствором, используемым для трилометрических определений, служит титрованный раствор трилона Б. Молекулярная масса этого вещества равна 372,25; грамм-эквивалент — 186,125. Трилон Б — белый мелкокристаллический порошок, хорошо растворимый в воде и растворах щелочей. Его водный раствор имеет слабокислую реакцию (рН около 6).

1. *Приготовление 0,1 н. раствора трилона Б из купленного препарата.* Взвесив в бюксе 20 г препарата, переносят в литровую мерную колбу, которую наполняют водой до метки, после чего содержимое долго тщательно перемешивают. Мутный раствор фильтруют. Из очищенного препарата можно без последующей проверки сразу готовить точно 0,1 н. раствор. Для этого на аналитических весах взвешивают 18,6125 г соли, переносят ее в литровую мерную колбу, доводят водой объем содержимого до метки и тщательно его перемешивают. Точные 0,1 н. растворы трило-

на Б можно получить из фиксалялов, расфасованных по 0,1 г экв. в ампуле.

2. *Установление нормальности раствора трилона Б.* Нормальность раствора трилона Б определяют по раствору сернокислого магния (0,1 или 0,01 н.), приготовленному из фиксалялов. Если нет фиксаляла, можно использовать $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ или $MgCl_2 \cdot 6H_2O$.

Для приготовления 0,01 н. растворов расходуют 1,230 г кристаллогидрата сернокислого магния или 1,020 г соли хлористого магния. В химические стаканы вливают по 10—25 мл 0,01 н. (или 0,1 н.) раствора трилона Б, приливают по 10 мл дистиллированной воды, добавляют по 10 мл аммиачного буферного раствора, 1 мл раствора солянокислого гидроксиламина, доводят объем содержимого дистиллированной водой до 50 мл и после прилития 5—10 капель 0,02 %-ного раствора метилового красного раствор перемешивают. Перед титрованием добавляют в него 5—7 капель индикатора хромогена черного и титруют 0,01 н. (или 0,1 н.) раствором сернокислого магния до перехода зеленой окраски в красно-фиолетовую. Нормальность раствора трилона Б рассчитывают затем по формуле, приведенной на страницах 206, 207. Приготовление необходимых реактивов описано на страницах 80 и 81.

ОХРАНА ТРУДА И ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОСТИ РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Работа в химической лаборатории требует осторожности, внимания и знания правил безопасной работы, несоблюдение которых может привести к несчастным случаям или порче лабораторного имущества. Лабораторные столы, приборы, вытяжные шкафы в лаборатории должны быть установлены так, чтобы проход между ними был не менее 1 м.

Прежде чем приступить к работе по зоотехническому анализу кормов, работники лаборатории должны усвоить следующие основные правила.

1. В лаборатории следует работать в чистом халате, соблюдая чистоту, порядок и правила безопасной работы. В лаборатории нельзя пить воду, принимать пищу, курить.

2. До начала работы во всех помещениях лаборатории необходимо включать вентиляцию. Контроль за ее работой поручают специально выделенному сотруднику. Рабочие

столы и вытяжные шкафы при работе с огнем должны быть покрыты огнестойкими и термостойкими материалами, а при работе с кислотами и другими едкими веществами — антикоррозийными материалами.

Анализы, связанные с выделением и образованием вредных, ядовитых, огнеопасных паров, газов и т. п., проводят в вытяжном шкафу под тягой. При неисправности вентиляции работу в вытяжных шкафах немедленно прекращают. Створки вытяжных шкафов в перерывах между анализами необходимо держать закрытыми. Во время работы их нужно открывать как можно меньше. Приподнятые створки следует прочно укрепить.

При работах, сопровождающихся выделением вредных газов и паров, над местом их образования устанавливают ловушки, обеспечивающие их поглощение.

3. Реактивы и материалы надо хранить строго по ассортименту в соответствующей посуде, на которой должна быть этикетка с названием химического вещества или иного материала. Нельзя пользоваться реактивами, хранящимися в банках без надписи. Недопустимо хранение вместе веществ, химическое взаимодействие которых может вызвать пожар или взрыв.

4. Работы, связанные с выделением пыли или образованием мелких кусочков веществ (просеивание, измельчение, например, стекла, используемого при определении каротина в кормах), а также анализы, при которых возможно разбрызгивание жидкости, надо выполнять в вытяжном шкафу под тягой в защитных очках, фартуках и нарукавниках; в необходимых случаях используют респираторы.

5. Сосуды, предназначенные для работы под давлением или вакуумом, предварительно испытывают на максимальное давление и максимальное разрежение. Для защиты работающих (в случае аварии) делают специальные ограждения.

При смешивании веществ, сопровождаемом выделением тепла, необходимо пользоваться термостойкой химической фарфоровой или полиэтиленовой посудой. Нагретые сосуды нельзя закрывать пробками до их полного остывания. Нагревая жидкость в пробирке и других подобных сосудах, необходимо использовать специальный держатель. При этом горло сосуда направляют в сторону от себя и соседей по работе.

При работе с источником ультрафиолетового излучения работник лаборатории обязан надевать специальные темные

очки. Для защиты глаз работающих такие лампы оборудуют черным ограждением. Над источником ультрафиолетового излучения устанавливают местную вытяжную вентиляцию.

При переливании жидкого азота работающий должен надевать на лицо специальную защитную маску из прозрачного плексигласа.

По окончании работы в лаборатории рабочее место необходимо привести в порядок, выключить вытяжные шкафы и все электроприборы, закрыть газовые и водопроводные краны, а также окна и форточки.

6. При работе с кислотами и щелочами (концентрированными и слабоработведенными) важно, чтобы они не попадали на одежду, столы и т. п. Особенно опасно попадание реактивов в глаза, на руки, лицо, так как от этого возникают ожоги. При работе с концентрированными кислотами и щелочами необходимо соблюдать следующие меры предосторожности:

а) работу проводить в вытяжном шкафу: во время работы надевают очки, резиновые перчатки, нарукавники и резиновый фартук. Для переливания из бутылей кислот, щелочей и других агрессивных жидкостей пользуются специальными сифонами. Концентрированную кислоту из сосуда берут с помощью специальной пипетки с грушей, сифоном или мерным цилиндром. При приготовлении разведенных растворов серной кислоты *вначале в сосуд наливают необходимое количество воды, а затем туда понемногу приливают кислоту*. При перемешивании дымящейся соляной и азотной кислот нос и рот закрывают марлей, смоченной слабым раствором соды, или пользуются респиратором. Работу эту необходимо проводить в вытяжном шкафу. Готовя растворы щелочей, определенную массу щелочи помещают в большой сосуд с широким горлом, заливают необходимым количеством воды, после чего содержимое тщательно перемешивают;

б) большие куски едкой щелочи разбивают на мелкие в отведенном для этого месте, причем разбиваемые куски накрывают белингом или другим материалом. При выполнении этой работы пользуются защитными очками, фартуком и перчатками. Концентрированные кислоты и щелочи, загрязненные в процессе анализа, выливают в раковину после предварительной их нейтрализации или разбавления их водой;

в) концентрированные кислоты и щелочи в лаборатории

хранят в специально отведенном месте в исправных корзинах или в обрешетке, выложенной минеральной ватой или стружкой. Бутыли с кислотами, щелочами и другими едкими веществами переносят в специальных ящиках, корзинах или перевозят на специальной тележке. Перед транспортировкой кислот, щелочей и других агрессивных жидкостей проверяют исправность тары. Пролитую на пол или стол серную кислоту засыпают песком, который затем собирают совком, поливают предмет содой, после чего поверхность моют водой.

7. При работе с легковоспламеняющимися веществами — этиловым эфиром, спиртом, бензолом, ацетоном, бензином, уксусноэтиловым эфиром, сероуглеродом, петролевым эфиром и другими легковоспламеняющимися жидкостями — необходимо проявлять особую осторожность. Нельзя переливать их в лаборатории из больших емкостей в маленькие, хранить в теплом месте (около нагревательных приборов) и нагревать на открытом огне. Все работы с легковоспламеняющимися и взрывоопасными веществами выполняют в вытяжном шкафу.

Во время работы с легковоспламеняющимися и взрывоопасными веществами в помещении следует потушить горелки, не зажигать спичек, не курить, выключить муфельную печь и электроприборы, при работе которых может возникнуть искра. Нагревают указанные вещества в вытяжном шкафу на песчаной или водяной бане с закрытым электронагревателем.

По окончании работы перед разборкой прибора, в котором находятся легколетучие воспламеняющиеся жидкости, следует выключить нагревательный прибор (при перегонке, экстрагировании и т. д.), охладить электронагревательные приборы, так как эти вещества могут воспламениться и при отсутствии открытого огня.

Если по методике необходимо нагревание сероуглерода, то проводят это на водяной бане при температуре не выше 60 °С, предварительно нагретой в другой комнате.

При нагревании легковоспламеняющихся жидкостей, таких как эфир, диоксан, тетрагидрофуран, могут быть сильные взрывы, особенно в тех случаях, когда они содержат перекиси. Поэтому до начала работы необходимо убедиться в отсутствии в них перекисей (проба с йодистым калием).

Нельзя хранить легколетучие жидкости — эфир, эфирные растворы, ацетон и другие выделяющие газы реакти-

вы — раствор гипосульфита натрия, хлористый алюминий и другие в тонкостенной посуде, плотно закрытой пробкой.

Горючие и легковоспламеняющиеся жидкости хранят в толстостенных склянках, железных ящиках, выложенных асбестом. Ящики устанавливают вдали от проходов и тепло-выделяющих поверхностей, обеспечив удобный подход к ним. Общий запас огнеопасных жидкостей, одновременно хранящихся в каждом рабочем помещении лаборатории, не должен превышать 2—3 л. На рабочем месте огнеопасные и взрывоопасные вещества можно держать лишь в количествах, необходимых для выполнения анализов. Отработанные горючие жидкости собирают в специальную плотно закрывающуюся склянку; их при необходимости регенерируют или уничтожают. Сливать эти вещества в канализацию запрещено. При воспламенении указанных веществ для тушения используют огнетушитель, песок, листовой асбест, войлок, шерстяное одеяло и т. п.

8. Особенно важно защищать глаза, для чего используют очки при работе с металлическим натрием и калием, едкими щелочами, кислотами, взрывчатыми веществами или взрывчатыми смесями, а также при работе с приборами под уменьшенным давлением (перегонка в вакууме, откачивание воздуха из эксикатора) или работе при повышенном давлении (работа с запаянными трубками, в автоклавах и др.).

Хранить калий и натрий следует с большой осторожностью под слоем сухого керосина в специальных банках, закрытых корковыми пробками, избегая соприкосновения реактивов с водой. При отгонке эфира над металлическим натрием необходимо использовать воздушную или песочную баню, а не водяную или паровую. Нельзя сушить металлическим натрием бромистый этил, хлороформ, так как это приводит к взрыву.

9. Особую осторожность необходимо соблюдать при работе с такими веществами, как синильная кислота, цианистый калий, эфир, хлороформ, фосген, диметилсульфат, хлоралгидриды низших кислот, хлор, бром, ртуть, окись углерода, окись и двуокись азота, амид натрия, металлические натрий и калий. Во избежание отравлений, ожогов и других поражений при работе с указанными веществами важно строго соблюдать правила безопасной работы.

Меры предосторожности при обращении с ядовитыми веществами. Комнаты или шкафы (сейфы), в которых хранятся ядовитые средства, должны закрываться на замок.

По окончании рабочего дня их опечатывают сургучной печатью или пломбируют. Ключи от комнаты или шкафов (сейфов), где хранятся ядовитые средства, а также печать или пломбир передают лицу, ответственному за эти средства.

Ядовитые вещества в лабораториях хранят в отдельной комнате в металлических шкафах или сейфах под замком (в небольших лабораториях допускается их хранение не в отдельной комнате). Особо опасные средства — сулема, цианистый калий и др. надо держать в специально выделенном внутреннем отделении этих шкафов или сейфов. Окна комнаты, где хранятся ядовитые вещества, защищают железными решетками, а двери обивают железом.

Взвешивают и отмеривают ядовитые вещества в вытяжных шкафах, используя специально выделенные для этого приборы и посуду (весы, воронки, ступки, цилиндры и т. д.). На посуде (упаковке) с ядовитым реактивом должна быть этикетка с его наименованием, а также с надписями: «Яд», «Обращаться осторожно!»

Важно соблюдать осторожность при работе с ртутью. Работать с ней разрешается только в специальных помещениях. Разлитую ртуть тщательно собирают, а место, где она была разлита, на длительное время засыпают серой или заливают хлорным железом. Пары ртути вызывают медленное, но тяжелое отравление. К выполнению работ, связанных с применением ртути или ртутных приборов и аппаратов, допускаются лишь сотрудники, прошедшие специальный инструктаж.

Первая помощь при несчастных случаях во время работы в лабораториях. В легкодоступном и постоянном месте лаборатории должны находиться заранее приготовленные растворы бикарбоната натрия, разбавленной уксусной и борной кислот и другие реактивы. В комнатах, где проводят анализы, держат аптечки с набором перевязочных средств и необходимых медикаментов.

Для тушения пожара лаборатории снабжают ящиком с песком, огнетушителями, асбестовым полотном, кошмой или войлоком и специальными растворами. Персонал лаборатории должен быть обучен оказанию пострадавшим первой помощи при несчастных случаях с учетом специфики данной лаборатории.

Оказание первой помощи. 1. При попадании на кожу кислот поврежденное место обмывают большим количеством воды, для чего в лаборатории держат специальный резиновый шланг, легко надевающийся на кран. Пораженный

участок кожи обрабатывают затем 5 %-ным раствором двууглекислой соды. 2. При попадании на кожу щелочей ее обмывают сначала водой, а после этого 4 %-ным раствором уксусной кислоты или 2 %-ным раствором борной кислоты. 3. При попадании кислоты или щелочи в глаза необходимо хорошо промыть их струей воды и осушить полотенцем, после чего обратиться за медицинской помощью. 4. При термических ожогах обожженное место следует смазать спиртом или 3—5 %-ным раствором марганцово-кислого калия, мазью от ожогов или 3—5 %-ным свежеприготовленным раствором танина. Если обожжены большие участки тела, то после обмывания их водой необходимо немедленно вызвать скорую помощь. 5. При вдыхании паров брома или хлора следует вдыхать пары спирта, а затем выйти на свежий воздух. Во всех случаях после оказания первой помощи пострадавшего отправляют к врачу.

При возникновении пожара нужно быстро закрыть окна, форточки, выключить вентиляцию, моторы и электроприборы; вынести во двор горючие жидкости, металлический натрий и баллоны с газом и принять меры к его тушению.

Применяют несколько способов тушения пожара. При загорании деревянных предметов пожар можно потушить водой, песком и с помощью огнетушителя. При загорании одежды нельзя бежать. Пострадавшего необходимо быстро положить на пол и накрыть кошмой, одеялом или облить водой. Если горят нерастворимые в воде вещества, например бензин, скипидар, применять воду нельзя: пожар от этого может усиливаться. Его следует тушить песком. Можно также накрыть пламя асбестом. Если горящее вещество, например спирт, ацетон, растворяется в воде, то его можно тушить водой.

Хорошее средство для тушения пожаров — четыреххлористый углерод. Применяют также солевые растворы: насыщенный раствор углекислого натрия или смесь из 40—50 % воды, 40—55 % хлористого цинка и 5—20 % хлористого магния. Растворы хранят в определенном месте в соответствующих емкостях.

Пенные и углекислотно-бромэтиловые огнетушители предназначены для тушения начинающих очагов пожара при воспламенении всех горючих твердых и жидких веществ, за исключением тех, которые химически взаимодействуют с огнегасительными веществами, усиливая горение или создавая опасность взрыва (например, щелочные средства, алюминий, органические и другие соединения).

ПРИЛОЖЕНИЯ

1. Химический состав кормов, % *

Корма	Вода	Сырой протеин			Жир	Клетчатка	Безазотистые экстрактивные вещества (БЭВ)	Зола
		кислота		амида				
		белки	белки					
Зеленый корм								
Трава суходольного луга	71,7	3,8	2,8	1,0	0,9	7,7	13,4	2,5
» заливного луга	68,9	3,9	2,5	1,4	1,0	8,6	15,0	2,6
» степная	59,4	4,5	3,7	0,8	1,6	12,0	19,3	3,2
» злаковая заболоченного луга	72,0	3,1	2,4	0,7	0,7	10,0	11,6	2,6
» торфяно-болотистого луга	73,0	2,2	1,6	0,6	0,9	9,3	12,9	1,7
» горного луга	64,5	4,2	3,6	0,6	1,4	10,0	17,2	2,7
» лесных пастбищ	74,5	3,3	2,3	1,0	1,0	8,1	10,8	2,3
» естественного луга	68,5	3,7	2,9	0,8	1,0	9,0	15,2	2,6
» луговая пастбищная	66,5	4,0	2,9	1,1	1,0	10,2	15,4	2,9
Отава естественного луга	65,0	4,8	3,4	1,4	1,1	8,6	17,5	3,0
Отава травы луговой	73,7	4,7	4,0	0,7	1,2	8,1	9,3	3,0
Кукуруза зеленая, целое растение	80,1	2,2	1,7	0,5	0,5	5,1	10,6	1,5
Клевер	76,5	3,9	3,4	0,5	0,8	6,1	10,8	1,9
Люцерна	70,3	5,6	4,6	1,0	0,8	8,4	11,9	3,0
Люпин	86,0	3,0	2,2	0,8	0,4	4,0	5,3	1,3
Ежа сборная	69,0	3,7	2,1	1,6	1,2	10,5	13,2	2,4
Кострец	62,3	4,3	3,3	1,0	1,0	11,6	17,9	2,9
Суданка	75,4	4,2	3,4	0,8	0,7	7,1	10,6	2,0

Рожь	78,6	3,3	2,4	0,8	6,3	9,5	1,8
Тимофеевка	62,1	3,1	2,4	0,7	12,8	18,5	2,5
Клевер с тимофеевкой	74,9	3,6	3,0	0,6	7,1	11,8	1,8
Вико-овес	77,6	3,7	3,0	0,7	5,8	9,9	2,2
Горох + овес	77,7	3,0	2,2	0,8	6,8	10,0	1,9
Подсолнечник	82,7	2,3	1,7	0,6	4,8	7,7	1,9
Смесь злаково-бобовая	78,3	3,5	3,0	0,5	5,4	10,2	1,6
Смесь злаковая	77,1	2,8	2,3	0,5	7,2	10,3	1,8
Капустный лист	88,0	2,0	1,5	0,5	1,5	6,8	1,9
Ботва свеклы сахарной	82,5	2,6	2,0	0,6	2,7	8,5	3,0

Сено

Луговое	16,3	9,3	7,6	1,7	25,6	39,7	6,5
» бобово-злаково-разнотравное	16,8	11,6	9,3	2,3	24,7	38,2	6,5
» злаковое	16,2	8,9	7,6	1,3	26,2	39,8	6,5
Луговое разнотравное	15,0	9,5	8,5	1,0	25,7	40,4	6,9
» суходольное	18,8	8,8	7,4	1,4	23,4	40,9	5,7
Заливное	16,2	9,5	7,7	1,8	24,8	40,7	6,1
Болотное	18,0	8,4	7,0	1,4	24,3	41,0	5,9
Горное разное	14,5	9,8	7,8	2,0	24,9	40,7	7,4
Высокогорное	14,7	11,1	9,7	1,4	23,5	40,9	7,0
Щелинное	12,9	8,6	7,8	0,8	26,5	42,4	6,8
Лесное	17,2	8,5	7,8	0,7	24,1	41,0	6,5
Клеверное посевное	15,7	13,0	11,0	2,0	23,3	38,9	6,7
Люцерновое	15,5	14,7	11,5	3,2	25,9	33,8	7,7
Клеверно-тимофеечное	18,9	9,6	7,6	2,0	25,9	37,9	5,3
Злаковое (посевное)	17,0	7,4	5,8	1,6	29,3	39,7	5,1
Суданской травы	19,0	6,6	5,0	1,6	33,2	34,4	5,6
Вико-овсяное	17,0	11,7	8,7	3,0	26,6	35,2	7,2
Горох + овес	17,6	8,5	6,6	1,9	29,2	36,3	6,6

Корма	Вода	Сырой протеин			Жир	Клетчатка	Безазотистые экстрактивные вещества (БЭВ)	Зола
		всего	белая	липы				
Травяная мука								
Люцерновая	13,2	17,3	15,3	2,0	3,2	20,7	37,9	7,7
Клеверная	14,3	13,1	12,0	1,1	4,2	23,2	38,0	7,2
Злакового разнотравья	11,3	9,6	8,1	1,6	3,5	23,5	47,3	4,8
Вико-овсяная	12,6	11,0	8,7	2,3	2,5	27,1	38,9	7,9
Травяная резка								
Клевер + злак	8,1	10,7	8,1	2,6	2,9	30,2	40,3	7,8
Клеверная	6,6	16,8	12,8	4,0	2,6	23,6	37,7	12,7
Злаковых культур	10,8	11,3	8,2	3,1	2,6	26,3	41,6	7,4
Солома								
Овсяная	16,7	4,0	3,0	1,0	1,7	33,0	38,6	6,0
Пшеничная озимая	15,4	3,7	3,4	0,3	1,3	36,4	36,8	6,4
» яровая	15,1	4,6	3,5	1,1	1,5	35,1	36,8	6,9
Ячменная	17,0	4,9	3,9	1,0	1,9	33,1	35,9	7,2
Ржаная	15,0	3,3	2,4	0,9	1,4	37,8	38,2	4,3
Просьяная	16,0	6,8	5,7	1,1	2,0	27,8	40,6	6,8
Кукурузная	22,0	6,0	4,7	1,3	1,6	24,6	39,2	5,9
Гороховая	15,6	7,4	6,8	0,6	1,7	33,0	37,9	5,0
Сенаж								
Клеверный	53,5	6,7	4,1	2,6	1,2	12,4	22,7	6,5
Вико-овсяный	50,0	6,2	3,2	2,0	1,7	13,9	22,7	6,5

Люцерновый	50,0	7,9	5,0	2,9	1,2	14,9	18,6	7,4
Злаковой травосмеси	50,3	5,4	2,8	2,6	1,4	11,0	22,5	9,4

Силос

Кукурузный в фазе молочной спелости	80,6	1,6	0,8	0,8	0,4	5,5	10,2	1,7
Кукурузный в фазе молочно-восковой спелости	75,7	1,8	1,2	0,6	0,7	6,1	13,6	2,1
Подсолнечный	76,0	2,5	1,7	0,8	1,1	7,0	10,6	2,8
Травы луговой	77,0	3,8	2,4	1,4	2,3	6,6	7,3	3,2
Вико-овсяный	71,0	4,6	2,7	1,9	1,4	8,8	11,6	3,1
Клеверо-тимофеечный	77,2	3,3	2,3	1,0	0,4	9,6	7,3	2,2

Корнеклубнеплоды, сочные плоды

Свекла кормовая	87,6	1,3	0,8	0,5	0,1	0,9	9,1	1,0
" полусахарная	82,8	1,6	0,9	0,7	0,1	1,1	13,2	1,2
" сахарная	76,8	1,6	1,0	0,6	0,2	1,4	19,0	1,0
Картофель	77,7	1,9	1,3	0,6	0,1	0,6	18,7	1,0
Капуста кормовая	85,4	2,2	1,5	0,7	0,4	2,3	7,1	1,6
Морковь	87,7	1,2	0,7	0,5	0,2	1,1	8,9	0,9
Тыква	90,2	1,3	1,0	0,3	0,4	1,3	6,2	0,6
Кузюку	89,6	1,2	—	—	0,1	1,4	6,4	1,3
Арбуз кормовой	91,5	0,7	0,3	0,4	0,3	2,1	4,7	0,7

Зерно

Кукуруза	14,8	10,2	9,3	0,9	4,7	2,7	66,1	1,5
Овес	13,3	10,7	9,5	1,2	4,1	9,9	58,7	3,3
Просо	12,0	12,3	11,0	1,3	3,3	8,3	60,8	3,3
Пшеница фуражная	12,0	14,7	13,0	1,7	2,1	2,6	66,8	1,8

Корма	Вода	Сырой протеин			Жир	Клетчатка	Безазотистые экстрактивные вещества (БЭВ)	Зола
		всего	белки	углеиды				
Рожь	13,0	12,7	11,9	0,8	1,9	2,2	68,4	1,8
Сорго	13,0	12,5	10,5	2,0	2,9	3,5	65,8	2,3
Ячмень	13,0	10,5	9,3	1,2	2,3	5,5	65,7	3,0
Бобы	12,0	27,3	24,4	2,9	1,6	7,7	48,2	3,2
Горох	13,6	22,2	19,8	2,4	1,9	5,4	54,1	2,8
Люпин	14,5	31,5	28,9	2,6	5,2	13,2	32,5	3,1
Соя	11,4	33,2	28,1	5,1	15,3	7,3	27,6	5,2
Чечевица	13,1	24,6	21,5	3,1	1,3	4,3	53,6	3,1

Побочные продукты переработки зерна, свеклы
и других кормов

Стержни кукурузных початков	11,7	3,1	2,9	0,2	0,9	32,5	49,9	1,9
Отруби пшеничные	14,9	15,5	14,0	1,5	3,2	8,4	53,2	4,9
» ячменные	13,8	13,9	11,9	2,0	3,5	12,8	51,1	4,9
Барда хлебная свежая	91,0	1,9	1,3	0,6	0,4	0,9	4,5	1,3
» сухая	8,0	14,9	12,4	2,5	6,0	12,8	51,2	7,1
Барда каргофелльная свежая	95,3	1,2	0,9	0,3	0,6	0,6	1,8	0,5
» сухая	8,0	14,9	12,4	2,5	6,0	20,8	43,2	7,1
» кукурузная свежая	88,2	2,7	2,2	0,5	1,0	1,1	6,5	0,5
» сухая	8,5	22,0	19,6	2,4	10,9	10,6	44,5	3,5
Дрожжи кормовые	11,5	43,7	36,8	6,9	2,2	1,4	33,9	7,3
» пенлярские	73,2	13,0	10,7	2,3	0,8	0,1	10,6	2,3
Дробина пивная свежая	76,8	5,8	5,4	0,4	1,7	3,9	10,7	1,1
» сухая	11,3	21,7	20,0	1,7	5,9	16,0	40,6	4,5

Жом свежий	88,8	1,2	1,0	0,2	0,3	3,3	5,7	0,7
» аммонизированный	89,9	2,6	1,5	1,1	0,6	3,1	2,5	1,3
» сушеный	13,2	7,7	7,3	0,4	0,5	19,5	55,7	3,9
Патока кормовая	19,6	9,9	—	—	—	—	63,0	7,5
Пищевые отходы столовых и кухонь	83,5	2,7	—	0,5	1,1	0,6	10,6	1,5
Пищевые отходы общественного питания	78,8	3,5	—	0,5	1,7	0,9	13,0	2,1
Жмых конопляный	11,2	30,4	2,2	0,6	10,2	22,6	17,9	7,7
Жмых льняной	10,9	29,2	3,0	1,6	9,6	10,5	32,9	6,9
Жмых подсолнечный	8,8	39,2	29,8	2,8	10,2	13,0	22,5	6,3
Жмых соевый	12,9	38,5	27,6	1,5	7,6	4,8	30,7	5,5
» хлопковый	9,0	37,0	36,4	0,8	8,2	11,0	28,4	6,4

Корма животного происхождения

Мука мясо-костная (зола до 22 %)	8,3	51,7	43,9	7,8	12,8	0,8	4,3	22,1
Мука мясная	10,4	54,3	48,6	5,7	15,6	—	6,0	13,7
Мука рыбная непищевая	9,4	59,4	—	—	1,9	—	0,4	28,9
Молоко цельное (жирность 3,5—4 %)	87,0	3,6	3,6	—	3,8	—	4,9	0,7
Молоко обезжиренное	90,9	3,3	3,3	—	0,3	—	4,8	0,7
Пахта	90,5	3,5	3,5	—	0,7	—	4,6	0,7
Мука из гидролизованного пера	9,0	75,0	—	—	4,0	—	2,0	10,0

* Из книги «Корма , состав и питательность», М., 1964.

2. Коэффициенты переваримости питательных веществ кормов для крупного рогатого скота

Корма	Коэффициенты переваримости					
	органи- ческого ве- щества	протеина	целлю- лозы	клет- чатки	клет- чатки	СОД
Зеленый корм						
Трава заливного луга	—	66	53	50	62	68
» лесного пастбища	61	52	50	46	52	66
» луговой пастбищной	—	62	58	43	58	68
» пастбищная злаково-раз- нотравная	59	60	60	41	53	65
» в фазе цветения	68	71	70	49	61	75
» в фазе плодоношения	50	59	59	8	46	64
» пастбищная разнотрав- но-злаковая, до цветения	69	67	68	41	60	77
» типчаково-ковыльного пастбища	62	50	46	43	60	63
» степная	—	65	63	50	55	66
» культурного пастбища, отавы	58	59	—	73	61	53
Кукуруза зеленая	—	66	55	72	57	78
» в фазе выхода в трубку	69	67	60	55	62	76
» до выбрасывания ме- телки	77	64	72	65	68	81
» в фазе цветения	69	68	62	52	70	69
» в фазе молочной во- сковой спелости	74	64	65	66	67	76
Кукуруза, початки	—	62	58	71	72	83
Овес	62	73	69	68	54	62
Рожь озимая	71	78	66	46	78	68
Сорго	70	63	53	53	67	73
Суданка	73	75	73	59	72	75
Ячмень, начало выхода в трубку	85	70	68	75	85	88
Ежа сборная	60	64	60	57	57	61
Клевер	—	68	62	58	50	74
То же, цветение	67	71	68	54	48	76
Люпин кормовой	73	80	79	35	61	84
Люцерна	—	74	73	49	48	69
То же, цветение	86	75	71	18	68	80
Соя зерновая, зеленая	61	71	68	51	59	60
Эспарцет	74	71	66	63	43	77
Вико-овсяная смесь	—	74	65	51	56	69
Горох + овес	—	70	65	68	50	70
Подсолнечник	—	64	60	65	53	82
»	69	73	61	57	59	73
Клеверо-тимофеечная смесь	71	61	57	53	64	79

Корма	Коэффициенты переваримости					
	органи- ческого ве- щества	протеина	белка	жира	клет- чатки	БЭВ
Ботва сахарной свеклы	—	72	68	—	73	83
» кормовой »	—	67	67	50	56	76
» картофеля	—	56	56	29	43	61
Сено						
Болотное	—	54	49	39	50	51
»	53	52	49	34	54	54
Горное	—	51	48	53	56	65
Заливное	—	50	51	49	52	60
Злаково-разнотравное	—	49	47	48	53	54
Лесное	—	43	42	46	47	60
Луговое	—	53	48	46	50	60
» злаковое	—	58	55	37	56	63
» бобовое	—	75	68	50	39	70
» злаково-бобовое	—	56	58	37	49	66
» злаково-бобово-разно- травное	—	59	32	51	42	67
» злаково-осоковое	—	54	50	51	49	64
» злаково-разнотравное	—	48	44	43	49	61
» разнотравное	—	59	55	57	40	60
» суходольное	—	50	49	42	56	60
Целинное	—	46	40	42	51	60
Житняковое	60	57	52	44	58	63
Кострецовое	—	60	52	44	55	60
Суданки	—	62	57	52	63	65
Тимофеевки луговой	—	58	53	50	51	61
» степной	—	58	53	45	62	68
Клеверное	—	62	55	55	51	69
Люцерновое	—	70	66	43	43	66
Клеверо-тимофеечное	—	54	52	50	49	63
Вико-овсяное	—	56	45	51	51	64
Горохово-овсяное	—	74	70	64	60	68
Солома						
Гороховая	—	48	40	44	38	55
Гречишная	—	46	40	42	45	52
Овсяная	—	43	32	32	53	46
Пшеничная озимая	—	14	9	38	50	37
» яровая	—	19	19	31	50	40
Ржаная	—	24	16	32	51	39
Ячменная	—	27	21	39	54	53
Другие корма						
Побеги и листья березы	—	42	40	40	31	58
Хвоя сосны	—	—	—	65	25	18
Сенаж из клевера	60	51	—	50	52	68

Корма	Коэффициенты переваримости					
	органи- ческого ве- щества	протеина	белка	целлю- лозы	клет- чатки	во- ды
Силос						
Кукурузный	—	57	34	70	62	72
»	71	60	—	69	71	72
Початков кукурузы	—	67	63	63	64	84
Подсолнечный	—	57	51	75	47	65
Разнотравный	—	49	35	63	51	53
Из кукурузы с подсолнечником	—	53	48	66	57	77
Из кукурузы с соей	—	64	49	69	55	69
Из клевера с тимофеевкой	—	63	49	72	53	67
Из кормового сладкого люпина	—	66	80	69	69	77
Корнеклубнеплоды, бахчевые культуры						
Картофель	—	73	64	93	45	93
Капуста кормовая	—	76	73	59	64	82
То же	87	87	84	69	74	91
Морковь	—	67	62	50	54	96
Свекла кормовая	—	70	42	70	55	98
Свекла полусахарная	—	79	80	30	49	95
То же	66	72	91	41	44	66
Свекла сахарная	—	79	80	30	49	95
Топинамбур	—	67	58	—	29	93
Тыква	—	75	53	55	60	88
»	80	76	60	56	62	90
Брюква	—	78	60	—	61	90
Зерновая дерть						
Гороховая	—	86	86	62	46	93
Кукурузная	—	73	73	86	66	94
Овсяная	—	78	78	83	25	77
Просяная	—	75	75	79	33	75
Пшеничная	—	84	84	63	47	92
Ржаная	—	83	83	60	53	92
Ячменная	—	76	76	74	35	88
»	82	81	76	55	48	88
Кормовая мука						
Бобовая	—	87	87	80	58	91
Гороховая	—	86	86	63	46	93
Кукурузная	—	72	72	89	59	95
Овсяная сеяная	—	79	79	81	42	79
» непросеянная	—	77	71	80	33	78
Просяная	—	80	80	90	33	81

Корма	Коэффициенты переваримости					
	органи- ческого ве- щества	протеина	белка	жира	клет- чатки	БЭВ
Пшеничная	—	88	88	65	51	90
Ржаная	—	83	83	65	58	92
Рисовая	—	52	52	86	43	74
Чумизы	—	89	89	93	14	88
Ячменная	—	80	80	75	23	90
Остатки технических производств						
Зародыши кукурузные	—	78	78	91	75	84
Лузга кукурузная	—	54	54	77	57	76
» овсяная	—	28	19	38	33	30
Мучель просяная	—	69	67	73	23	76
Мучка гречневая	—	70	68	84	31	83
» овсяная	—	79	79	76	25	75
» пшеничная	—	86	86	89	35	95
Мучка рисовая	—	65	65	77	25	79
» соевая	—	89	89	90	39	69
» ячменная	—	77	77	79	23	92
Отруби гороховые	—	75	75	71	80	92
» кукурузные	—	54	54	77	57	76
» овсяные	—	50	50	55	37	71
» пшеничные	67	74	75	60	38	62
» ржаные	—	73	73	81	33	74
» рисовые	—	65	65	77	25	79
» ячменные	—	81	81	78	22	78
Пыль мельничная	—	83	83	64	49	50
» пшеничная	—	83	83	52	23	48
Стержни кукурузных почат- ков	—	—	—	34	60	54
Шелуха гороховая	—	53	53	57	79	83
» просяная	—	20	—	—	4	11
» рисовая	—	10	10	67	10	35
» соевая	—	44	44	57	51	73
» ячменная	—	28	19	38	33	30
Барда хлебная свежая	—	64	52	93	50	80
» » сушеная	—	64	52	93	50	80
» картофельная свежая	—	52	42	40	28	64
» » сушеная	—	52	42	40	28	64
» кукурузная свежая	75	65	64	90	90	73
» » сушеная	69	50	43	91	83	73
Дробина пивная свежая	—	73	73	88	39	62
» » сушеная	—	78	78	70	47	57
Дрожжи кормовые	—	89	89	100	—	90
» пекарские	—	91	91	63	—	100
Дрожжи пивные	—	91	91	63	—	100
Жом разный	—	50	50	50	71	85

Корма	Коэффициенты переваримости					
	органи- ческого ве- щества	протеина	белка	жира	клет- чатки	БЭВ
Мезга картофельная свежая	—	—	—	—	27	83
» » силосован- ная	—	—	—	—	27	83
» » сушеная	—	—	—	—	24	83
» кукурузная сушеная	—	85	85	89	53	91
Патока кормовая (меласса)	—	51	—	—	—	91
Жмых конопляный	—	75	78	87	20	57
» льняной	—	84	79	87	47	83
» подсолнечный	71	75	—	67	55	80
» »	—	91	91	90	26	71
Жмых соевый	—	90	88	88	78	94
» хлопчатниковый	82	86	83	99	50	78
Шрот кориандровый	—	55	55	88	56	80
» кукурузный	—	78	78	91	75	84
» льняной	—	86	80	89	49	80
» »	71	85	—	99	12	77
Шрот подсолнечный	—	92	88	93	33	77
» соевый	—	90	90	95	94	97
» »	89	90	88	71	75	92
Шрот хлопковый	—	82	79	79	65	65
То же	64	59	57	80	58	78

Корма животного происхождения

Молоко цельное свежее	—	95	95	100	—	100
Молозиво коровье	—	95	95	100	—	100
Молоко цельное сухое	—	89	89	45	—	98
Молоко обезжиренное свежее	—	93	93	98	—	96
Молоко обезжиренное сухое	—	89	89	45	—	98
Пахта	—	96	96	98	—	98
Сыворотка	—	90	90	100	—	100
Мука кровяная	—	92	81	100	—	—
» мясо-костная	—	73	55	93	—	50
» мясная	—	82	—	97	—	—
» рыбная	—	90	—	76	—	—
Яйцо куриное	—	93	—	94	—	—

3. Содержание микроэлементов в кормах натуральной влажности (по литературным данным)*

Корма	Содержание микроэлементов, мг/кг влаж. корма						
	Fe	Mn	Ca	Co	Zn	J	Mo
Трава лугов и пастбищ							
Луговая (в среднем)	40-52	14-60	1,6-3	0,02-0,18	4-8	0,1-0,2	0,08
Суходольная	40-100	9-22	0,6-3	0,04-0,09	3-12	0,06-0,17	0,07
Болотная	50-80	25-50	2-6	0,04-0,07	9-12	0,03-0,10	0,10
Лесного пастбища	20-50	10-120	2-3	0,02-0,04	5-7	0,01-0,20	0,11
Пастбища злаково-разнотравного	19-22	10-30	1,3-3	0,01-0,10	7-18	0,01-0,1	0,1-0,5
Пастбища культурного	45-90	20-40	1-2	0,02-0,10	8-15	0,01-0,10	0,2
Трава посевных культур (злакн, бобовые, мешанки)							
Кукуруза зеленая (в среднем)	26-42	6-18	1,0-2,2	0,03-0,12	3-7	0,02-0,17	0,01-0,03
Горох	18-170	5-20	1,0-3,5	0,02-0,10	4-15	0,01-0,10	0,13-0,30
Клевер красный	14-50	7-16	1,0-3,0	0,03-0,35	4-17	0,02-0,17	0,05-0,20
Люцерна синяя	15-30	6-15	1,0-3,0	0,02-0,25	4-10	0,10-0,15	0,13-0,17
Чина (цветение)	15-50	5-12	1,0-1,5	0,06-0,10	5-7	0,01-0,10	0,05-0,15
Горох — овес	18-40	14-16	1,0-1,5	0,02-0,10	3-13	0,01-0,03	0,06-0,15
Вика — овес	16-70	5-12	1-3	0,01-0,05	3-8	0,02-0,05	0,15-0,5
Злаково-бобовых пастбищ	18-62	22-35	1,5-2,5	0,02-0,05	6-10	0,04-0,10	0,08-0,35
Клеверо-тимофеевая	24-116	18-40	1-2	0,01-0,10	4-8	0,04	0,22
Тимофеевка луговая	20-100	8-25	0,5-1,5	0,01-0,10	5-10	0,06	0,02-0,10
Рожь озимая	20-120	10-20	1-2	0,02-0,10	4-10	0,09	0,10-0,18
Ботва							
Кормовой свеклы	27-80	10-60	0,5-1	0,001-0,03	6-13	0,13	0,10
Капусты кормовой	42-90	10-20	0,3-1,1	0,02-0,04	3-10	0,012	0,15

Корма	Содержание микроэлементов, мг/кг или мкг/г					
	Fe	Mn	Cu	Cd	Zn	Mo
Сахарной свеклы Турнепса и брюквы	30-80 20-70	10-50 15	0,6-1,0 0,4-1	0,05 0,06	6-18 3-8	0,01 0,01 0,06 0,08
Злаковая и злаково-разнотравная Люцерновая и клеверная	50-200 90-500	70-120 30-80	4-12 6-15	0,04-0,2 0,10-1,3	16-40 20-50	1,20 0,4-0,7
Сено						
Горохово-овсяное	90-210	25-70	2-5	0,1-0,3	20-50	0,45
Злаковое	60-170	30-200	2-5	0,07-0,20	10-25	0,36
Клеверное	70-380	35-80	4-10	0,1-0,8	17-44	0,1-0,5
Клеверо-гимофеечное	90-250	40-150	4-6	0,10-0,25	15-34	0,42
Люцерновое	50-400	20-60	4-15	0,10-1,20	20-30	0,1-0,3
Луговое	60-260	30-140	3-12	0,11-0,30	19-40	0,05-0,2
Осоковое	100-300	40-120	4-20	0,04-0,13	20-30	0,2
Солома						
Овсяная	130-180	50-150	1,5-5	0,01-0,06	4-20	0,8
Пшеничная	90-280	40-140	2-6	0,07-0,30	3-8	0,6
Ячменная	40-500	50-90	2-5	0,07-0,30	10-40	0,85
Силос и сенаж						
Ботвы сахарной свеклы	50-140	30-40	1,0-5,0	0,02-0,05	5-25	—
Горохово-овсяный	20-38	15-60	1-3	0,02-0,16	8-12	0,3
Вико-овсяный	8-30	20-50	1-5	0,03-0,25	5-8	0,15
Клеверо-гимофеечный	25-36	31-45	1-3	0,03-0,30	10-22	0,11

Кукурузный
Подсолнечный
Кукурузно-подсолнечный
Травяной, разный
Сенаж, в среднем

20-50	6-14	0,5-2	0,02-0,15	4-7	0,02-0,15	0,06
25-190	10-37	0,8-3	0,03-0,11	6-9	0,01-0,10	0,04
46-135	40-67	0,5-0,9	0,03-0,08	1,5-3,0	0,06	—
16-56	9-29	0,6-2	0,02-0,12	7-22	0,04-0,20	0,2-0,5
50-210	20-80	2-6	0,05-0,5	15-25	0,1-0,30	0,17

Корнеклубнеплоды и бахчевые

7-36	2-7	0,2-0,7	0,01-0,03	2-4	0,05-0,08	0,20
10-70	1,0-30	0,8-2	0,01-0,20	1-5	0,001-0,05	0,01-0,03
6-70	2-12	0,4-2	0,01-0,06	0,3-2	0,006-0,01	2,1
14-70	4-10	1-2	0,01-0,20	1-5	0,01-0,10	0,04
12-70	5-17	1,3-2	0,02-0,30	2-8	0,01-0,2	0,03-0,3
6-24	1-7,0	0,4-0,8	0,010-0,08	1-5	0,002	0,04
50	0,8-1	0,7	0,003-0,015	—	0,02	0,15

Брюква кормовая и кукуруза

Картофель
Морковь красная
Свекла кормовая
" сахарная

Турнепс
Тыква

Зерновые корма и отходы мукомольного производства

30-100	1-22	1,4-14	0,02-0,40	17-31	0,01-0,24	0,1-1
40-420	19-54	2-8	0,02-0,35	22-50	0,06-0,30	0,3-1
40-50	10-50	2-8	0,03-0,17	11-80	0,03-0,18	0,3-1,6
31-50	12-35	3-17	0,008-0,03	3-34	0,01-0,08	0,6
26-45	14-35	2-9	0,02-0,20	12-30	0,03-0,30	0,2-0,3
21-480	12-21	2-8	0,02-0,3	18-40	0,03-0,30	1,0
10-77	7-30	3-10	0,04-0,2	28-74	0,04-0,30	1,0
47	14-16	4-14	0,03-0,2	30-54	0,05-0,20	0,55
41-270	15-146	3-9	0,04-0,30	27-58	0,06-0,20	1,8-4,4
13-200	83-150	5-14	0,04-0,37	32-162	0,11-0,60	0,72
64-150	11-94	8-12	0,01-0,10	50-100	0,25-0,50	1,6

Жмыхи и шроты

20-50	20-190	10-26	0,10-0,35	40-70	0,07-1,0	0,5-1,7
21-250	23-47	13-40	0,15-0,70	40-140	0,35-0,50	0,5-0,8
30-200	22-44	4-17	0,13-0,60	47-77	0,13-0,47	0,5-2,3
25-400	15-41	17-23	0,15-0,60	30-70	0,12-0,60	0,45

Льняной
Подсолнечный
Соевый
Хлопковый

Корма	Сырой протеин						
	Fe	Mn	Ca	Co	Zn	J	Mo
Корма животного происхождения							
Молоко цельное	0,7-2,0	0,03-0,3	0,1-0,4	0,001-0,006	3-3,3	0,04-0,22	0,035
Молоко обезжиренное сухое	9,0	0,7-2	2,0-3,7	0,02-2	44-65	0,70	0,1-0,7
Молоко обезжиренное свежее	1,2	0,2	0,2-0,9	0,007	4,0	0,11	0,01
Мясная мука	400-1300	5-32	5-15	0,05-0,20	70-106	0,7	1,8
Мясо-костная мука	31-1000	4-21	5-19	0,005-0,20	74-115	0,66	0,5-1,3
Рыбная мука	185-700	6-45	4-20	0,06-0,22	50-104	1,05-2,60	0,1-0,2
Рыба мелкая (меншеца)	145-400	6	1-5	0,05	10-30	0,3	0,03
Кровяная мука	1900	7	33	0,01	48	1,4	0,50
Прочие корма							
Барда картофельная свежая	8-12	1,0-2,0	0,6-2,0	0,01	1,0-2,0	0,003	—
Дрожжи кормовые сухие	12-480	28-65	8-50	0,06-1,30	25-190	0,01-0,38	0,03-2
Дробина пивная свежая	44-100	4-12	2,2-20	0,01-0,05	15-22	0,02	0,15
Дробина пивная сухая	230-500	20-60	19-80	0,07-0,20	110-120	0,10	1,2
Жом свекловичный свежий	14-24	2,5-12	0,4-2,0	0,02-0,06	2-4	0,03-0,02	—
Жом сухой	300-1150	28-80	8-14	0,02-0,53	20-22	0,15-1,70	0,4
Патока свекловичная	90-140	2-50	0,2-4	0,4-1,85	0,6-1,8	0,25-0,60	0,15
Костная мука	12-74	10-40	18	0,07-0,27	26-424	0,76	0,17
Фосфат обесфторенный	1000	90	27-40	1,0	7-24	—	2,2
Зола дренесная	2600	—	2,5	0,15	1180	—	1,3
Мел	—	—	0,8	0,15	25	—	Нет
Соль поваренная	850	—	2,9	0,10	25	—	Нет

* Составлено Е. А. Петуховой.

4. Атомная масса важнейших элементов

Название	Символ	Атомная масса	Валентность	Название	Символ	Атомная масса	Валентность
Азот	N	14,008	3 или 5	Натрий	Na	22,997	1
Алюминий	Al	26,97	3	Никель	Ni	58,69	2 или 3
Барий	Ba	137,36	2	Олово	Sn	118,70	2 или 4
Бор	B	10,82	3	Осний	Os	191,5	2, 3, 4 или 8
Бром	Br	79,916	1	Палладий	Pd	106,7	2 или 4
Висмут	Bi	209,00	3 или 5	Платина	Pt	195,23	2 или 4
Водород	H	1,0078	1	Радий	Ra	226,05	2
Вольфрам	W	184,0	6	Ртуть	Hg	200,61	3 или 4
Железо	Fe	55,84	2 или 3	Свинец	Pb	207,21	2 или 4
Золото	Au	197,2	1	Серебро	Ag	107,880	1
Йод	I	126,92	1	Сера	S	32,06	2, 4 или 6
Кадмий	Cd	112,41	2	Стронций	Sr	87,63	2
Калий	K	39,096	1	Сурьма	Sb	121,76	3 или 5
Кальций	Ca	40,08	2	Титан	Ti	47,90	3 или 4
Кислород	O	16,000	2	Углерод	C	12,01	2 или 4
Кобальт	Co	58,94	2 или 3	Уран	U	238,07	4 или 6
Кремний	Si	28,06	4	Фосфор	P	31,02	3 или 5
Литий	Li	6,940	1	Фтор	F	19,000	1
Магний	Mg	24,32	2	Хлор	Cl	35,456	1
Марганец	Mn	54,93	2, 4, 6 или 7	Хром	Cr	52,01	2, 3 или 6
Медь	Cu	63,57	1 или 2	Церий	Ce	140,13	4 или 3
Молибден	Mo	96,0	2, 4 или 6	Цинк	Zn	65,38	2
Мышьяк	As	74,91	3 или 5				

Аликаев В. А., Петухова Е. А., Халенева Л. Д., Емелина Н. Т., Бессарабова Р. Ф., Костюнина В. Ф. Справочник по контролю кормления и содержания животных. — М.: Колос, 1982.

Дрозденко Н. П., Калинин В. В., Раецкая Ю. И. Методические рекомендации по химическим и биохимическим исследованиям продуктов животноводства и кормов. — Дубровицы, 1981.

Кондрахин И. П., Курилов Н. В., Малаков А. Г., Архипов А. В., Белов А. Д., Беляков И. М. и др. Клиническая лабораторная диагностика в ветеринарии. Справочное издание. — М.: Агропромиздат, 1985.

Корма растительного происхождения. ГОСТ 23637—79, ГОСТ 23638—79, ГОСТ 4808—75. — Государственный комитет по стандартам. Издательство стандартов, 1979.

Крюков В. С., Околенева Т. М., Дмитриевский А. А. Определение витаминов А, Е и каротиноидов в кормах, препаратах и биологических объектах (Методические указания ВНИИТИП). — Загорск, 1978.

Кузнецов С. Г., Кальницкий Б. Д. Изучение минерального обмена у сельскохозяйственных животных (Методические указания). — Боровск, 1983.

Марнов Д. И., Вих Г. А., Груздев Л. Г. и др. Методические указания по определению аминокислот в кормах на автоанализаторах и методом тонкослойной хроматографии (МСХ ЦИНАО). — М., 1980.

Марнов Д. И., Шумилин И. С., Горшкова Г. И. и др. Руководство по анализам кормов (МСХ ЦИНАО) — объединение «Сельхозхимия, ЦИНАО» — М.: Колос, 1982.

Петухова Е. А., Крылова В. С., Емелина Н. Т., Мартынов И. М. Практикум по кормлению сельскохозяйственных животных. — М.: Колос, 1977.

Самохвалов С. Г., Титова А. А. Методические указания по колориметрическому определению микроэлементов в кормах и растениях (МСХ ЦИНАО). — М., 1977.

Самохвалов С. Г., Чеботарев Н. А. Методические указания по атомно-абсорбционному определению микроэлементов в вытяжках из почв и в растворах зола кормов и растений (МСХ ЦИНАО). — М., 1977.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
Взятие средней пробы кормов	7
Подготовка корма к анализу и определение первоначальной воды	21
Определение гигроскопической воды	23
Экспресс-метод определения общего количества воды в кормах	25
Экспресс-метод определения общего содержания влаги в кормах с помощью влагомера	25
Определение содержания азотистых веществ	26
Определение общего азота и сырого протеина методом Кьельдаля	27
Полумикрометод определения азота по Кьельдалю	31
Определение белкового азота в кормах по методу Барнштейна	33
Определение аминокислот методом тонкослойной хроматографии	35
Определение сырого жира в кормах	46
Определение сырого жира экстрагированием этиловым эфиром	49
Определение сырого жира экстрагированием бензином или бензолом	50
Определение сырой клетчатки по Геннебергу и Штоману (модификация ЦИНАО)	51
Определение крахмала	55
Определение сахаров центрифужным методом Бертраана — Бьери (модификация Е. А. Петуховой)	59
Определение растворимых и легкогидролизуемых углеводов в кормах из одной навески (по методике ЦИНАО)	65
Определение безазотистых экстрактивных веществ	70
Определение в кормах сырой золы и минеральных элементов	70
Сухое озоление корма	70
Определение сырой золы	71
Приготовление раствора золы	73
Мокрое озоление кормов	74
Получение минерализатов для определения азота, фосфора, калия и кальция из одной навески корма	75
Методы определения кальция и магния. Определение кальция в кормах оксалатным методом (центрифужный микрометод)	77
Комплексометрическое определение кальция и магния с трилоном В методом обратного титрования (модификация А. Ф. Арсеньева)	79
	237

Определение суммы кальция и магния и расчет содержания магния	83
Определение кальция с флуорексоном (по прописи ЦИНАО)	84
Определение кальция в минерализате корма после мокрого озоления	85
Методы определения фосфора. Определение фосфора по интенсивности окраски фосфорно-молибденовой сини (из раствора зола)	86
Ванадомолибдатный метод определения фосфора (из растворов зола)	91
Ванадомолибдатный метод определения фосфора из минерализата корма (по методике ЦИНАО)	93
Определение калия и натрия	96
Определение азота, фосфора, калия и кальция в кормах с помощью автоанализатора проточного типа	99
Определение азота в минерализате корма фотоколориметрическим методом с использованием реакции индолфенольной зелени (по методике ЦИНАО)	105
Определение микроэлементов	109
Определение марганца с периодатом калия	110
Определение меди с дитизидитиокарбаматом натрия	113
Определение кобальта	116
Использование атомного абсорбционного спектрофотометра для определения микроэлементов	120
Пересчет результатов химического анализа кормов	122
Определение энергетической ценности кормов с помощью калориметра	124
Устройство и принцип работы калориметра	124
Определение водного эквивалента	128
Поправка на теплообит калориметра	129
Техника подготовки калориметрической бомбы и сжигание образца корма	132
Определение валовой энергии корма по его химическому составу	136
Использование результатов химического анализа кормов в практике кормления сельскохозяйственных животных	136
Методика расчета энергетической питательности зеленых, сочных, грубых и концентрированных кормов по содержанию сухого вещества и поправочным коэффициентам	139
Расчет питательности кормов в овсяных кормовых единицах	143
Расчет питательности кормов в обменной энергии	146
Оценка качества силоса	147
Определение молочной, уксусной и масляной кислот в силосе методом Леннера—Флигга	151
Характеристика качества сенажа	155
Определение каротина и витамина А в кормах, биологических объектах	157
Определение каротина в кормах (модификация ВИЖ)	158
Определение витамина А в биологических объектах	162
Определение каротина и витамина А в молоке и молозиве	164
Определение каротина в сыворотке крови	166
Определение витамина А в печени	167

Определение витамина А в яйце	167
Определение витамина А в комбикорме, обогащенном этим витамином	169
Определение рибофлавина в кормах	170
Определение общего количества рибофлавина	172
Определение общего содержания рибофлавина в кормах с применением трихлоруксусной кислоты	175
Определение рибофлавина в яйце	177
Определение белка, кальция и неорганического фосфора в сыворотке крови	180
Рефрактометрический метод определения белка в сыво- ротке крови	180
Определение белковых фракций сыворотки крови экспресс-методом (по Олл и Маккорду, в модификации С. А. Карпюка)	183
Определение кальция в сыворотке крови (по де Ваарду)	185
Определение неорганического фосфора в сыворотке крови	187
Некоторые сведения по технике лабораторных работ . . .	191
Весы и взвешивание	191
Фотоколориметрия	195
Растворы и их приготовление	199
Охрана труда и правила безопасности работы в химической лаборатории	213
Приложения	220
Указатель литературы	236

Петухова Екатерина Александровна,
Бессарабова Ранса Федоровна,
Халенева Любовь Дмитриевна,
Антонова Ольга Алексеевна

ЗООТЕХНИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ КОРМОВ

Зав. редакцией В. И. Орлов
Художественный редактор Е. Г. Прибегина
Технический редактор Л. А. Вичкова
Корректор В. И. Хомутова

ИБ № 5336

Сдано в набор 20.06.88. Подписано к печати 18.01.89.
Формат 84×108^{1/32}. Бумага тип. № 2. Гарнитура Литературная.
Печать высокая. Усл. печ. л. 12,5. Усл. кр.-отт. 12,81.
Уч.-изд. л. 13,59. Изд. № 66. Тираж 31 000 экз. Заказ № 282
Цена 50 коп.

Ордена Трудового Красного Знамени ВО «Агропромиздат», 107807,
ГСП-6, Москва, Б-78, ул. Садовая-Славская, 18.

Набрано в ордена Октябрьской Революции и ордена Трудового
Красного Знамени МПО «Первая Образцовая типография»
Союзполиграфпрома при Государственном комитете ~~по~~ по делам
издательств, полиграфии и книжной торговли, 113054, Москва,
Валовая, 28.

Отпечатано с матриц во Владимирской типографии Союзполи-
графпрома при Государственном комитете ~~по~~ по делам
издательств, полиграфии и книжной торговли, 600 000,
г. Владимир, Октябрьский проспект, д. 7.

50 коп.

