

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА
И ПРОДОВОЛЬСТВИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГЛАВНОЕ УПРАВЛЕНИЕ ОБРАЗОВАНИЯ, НАУКИ И КАДРОВ

Учреждение образования
«БЕЛОРУССКАЯ ГОСУДАРСТВЕННАЯ
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ АКАДЕМИЯ»

Кафедра агрохимии

АГРОХИМИЯ

АНАЛИЗ РАСТЕНИЙ И КОРМОВ

*Методические указания по выполнению лабораторных работ
для студентов специальностей 1-74 02 01 Агрономия,
1-74 02 02 Селекция и генетика сельскохозяйственных культур,
1-74 02 03 Защита растений и карантин,
1-74 02 04 Плодоовощеводство,
1-74 02 05 Агрохимия и почвоведение*

Горки
БГСХА
2015

УДК 63:64
ББК 40.4
А26

*Рекомендовано методической комиссией
агроэкологического факультета.
Протокол № 6 от 18 февраля 2015 г.*

Авторы:

доктор сельскохозяйственных наук, профессор *И. Р. Вильдфлуш*;
кандидат сельскохозяйственных наук, доцент *С. Ф. Шекунова*;
кандидат сельскохозяйственных наук, доцент *О. И. Мишура*;
кандидат сельскохозяйственных наук, доцент *Э. М. Батыршаев*;
старшие преподаватели *М. Л. Радкевич*, *Ю. В. Коготько*;
кандидат сельскохозяйственных наук *К. А. Гурбан*

Рецензент:

кандидат сельскохозяйственных наук, доцент *М. М. Комаров*

А26 **Агрехимия. Анализ растений и кормов** : методические указания по выполнению лабораторных работ / И. Р. Вильдфлуш [и др.]. – Горки : БГСХА, 2015. – 52 с.

Изложены основные стандартные методы анализа кормов и растений: принцип метода, значение и ход анализа, используемые реактивы и приборы, обработка результатов.

Для студентов специальностей 1-74 02 01 Агрономия, 1-74 02 02 Селекция и генетика сельскохозяйственных культур, 1-74 02 03 Защита растений и карантин, 1-74 02 04 Плодоовощеводство, 1-74 02 05 Агрехимия и почвоведение.

УДК 63:64
ББК 40.4

© УО «Белорусская государственная
сельскохозяйственная академия», 2015

ВВЕДЕНИЕ

Химический анализ растений обычно применяется в полевых и вегетационных опытах. Он широко используется агрохимиками и в производственной работе.

Агрохимический анализ растений необходим для оценки качества урожая сельскохозяйственных культур и изучения его изменения в зависимости от условий выращивания, в том числе от применения удобрений; для определения размера выноса питательных веществ с урожаем и хода их потребления в течение вегетации, диагностики питания растений; для установления питательной ценности кормов, а также при решении других вопросов.

Работа 1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА РАСТИТЕЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ К АНАЛИЗУ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУХОГО ВЕЩЕСТВА, ВЛАГИ И СЫРОЙ ЗОЛЫ В РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ (6 часов)

Для различных культур имеется специфика по отбору растительных образцов. Ниже рассмотрен отбор средних образцов для наиболее распространенных в нашей зоне сельскохозяйственных культур.

Образцы основной и побочной продукции для определения показателей качества и влажности отбирают со всех повторностей (делянок), чтобы иметь возможность математически обработать результаты анализов.

1.1. Отбор образцов зерновых и зернобобовых культур

При ожидаемом урожае зерна менее 20 кг с делянки пробы его для определения отбирают в мешок, закрепляемый на транспортере-элеваторе комбайна с помощью специального устройства.

Зерно с каждой делянки собирают в отдельный мешок с этикеткой. Чтобы исключить перемешивание зерна с убранный делянки с зерном следующей делянки, необходимо между уборкой двух делянок остановить комбайн и дополнительно проработать на холостом ходу 3–4 мин и только после этого снять и взвесить мешок с зерном. Если ожидаемый урожай с делянки более 20 кг и комбайн не оборудован приспособ-

соблением для отбора проб, их отбирают либо из мешков после уборки, либо во время выгрузки зерна из бункера комбайна. При отборе во время выгрузки под струю высыпаемого зерна через равные промежутки времени не менее двух раз подставляют мешочек с этикеткой и берут необходимое количество зерна. С каждой деланки (из каждого мешка) для оценки качества урожая и определения влажности при уборке отбирают горстями или совком из мешка соответственно по 1,5–2,0 и 0,3–0,5 кг зерна.

Средние образцы соломы отбирают горстями в матерчатые мешочки (10 горстей) из разных мест из возможно большего числа копен на деланке. Масса образца 0,3–0,5 кг.

Аналитическую пробу воздушно-сухого вещества массой 0,2–0,3 кг для сыпучих материалов (зерно и др.) берут специальным прибором – делителем. Если прибора нет, то необходимую массу аналитической пробы берут методом крестообразного деления. Для этого исходный образец высыпают на ровную поверхность, перемешивают и укладывают в виде квадрата слоем 1,5 см для мелкосемянных культур и до 5 см для крупносемянных. Затем при помощи линейки массу зерна делят по диагонали на четыре равных треугольника, с двух противоположных треугольников его удаляют, оставшуюся массу уменьшают тем же методом до 0,2–0,3 кг.

Аналитическую пробу семян перед анализом размалывают и очищают от посторонних включений: комочков земли, соломы, семян сорняков, комочков головни; подсушивают в термостате при температуре не выше 65 °С и размалывают.

Зерно размалывают на мельницах; если зерно твердое (ячменя, овса, зерновых бобовых, кукурузы), его предварительно грубо дробят на дисковых и молотковых мельницах, а затем домалывают на мельницах. Для различных видов анализов требуется неодинаковая тонина помола анализируемого материала, однако целесообразно всю аналитическую пробу размолоть до 0,5–1 мм. При размоле периодически отсеивают мелкие частицы, проходящие через сито с размером ячеек 1 мм, оставшиеся на сите частицы домалывают на той же мельнице. Частицы, проходящие через сито, не отбрасывают, а присоединяют к размолотой массе. Размолотую пробу перемешивают и помещают в коробку с этикеткой.

При взятии навесок для химических анализов аналитическую пробу тщательно перемешивают, чтобы исключить расслоение частиц по размерам.

1.2. Отбор образцов картофеля, кормовых корнеплодов, сахарной свеклы и подготовка их к анализу

Средние образцы картофеля отбирают в фазе отмирания и увядания ботвы за 1–2 дня до или во время уборки. По диагонали делянки выкапывают 10 растений, расположенных на равных расстояниях друг от друга. Клубни отряхивают от земли, отделяют от столонов и делят на стандартные и нестандартные. В средний образец массой около 2 кг отбирают из стандартного картофеля не менее 20 клубней. Ботву отобранных растений измельчают на куски 1–2 см, перемешивают и отбирают средний образец массой 0,5 кг. Образец высушивают до воздушно-сухого состояния, предварительно взяв из него навеску для определения влажности.

Образцы кормовых корнеплодов (турнепса, брюквы, кормовой свеклы, кормовой моркови) отбирают за 2–3 дня до уборки. Выкапывают 10 типичных растений, расположенных на равных расстояниях друг от друга по диагонали делянки. В образец не берут цветущие растения, поврежденные механически или вредителями и болезнями. Выкопанные растения очищают от земли, обрезают с корнеплодов нижние корешки и хвостики. Ботву обрезают по всем вариантам опыта одинаково – у основания черенков листьев. Корни и ботву взвешивают отдельно. Листья размельчают до 1–2 см. После перемешивания отбирают средний образец массой 0,5 кг. Образцы корнеплодов и листьев немедленно отправляют в лабораторию на анализ. Во время транспортировки их предохраняют от высыхания и увлажнения.

Для определения крахмала в картофеле, каротина и некоторых других показателей в кормовых корнеплодах используют только свежие образцы при их естественной влажности. Корни или клубни моют щеткой и вытирают или слегка подсушивают на воздухе. У корнеплодов обрезают головку, тонкий конец корня и боковые корешки. У клубней картофеля удаляют остатки столонов.

Каждый корень или клубень разрезают по долеговой оси через центр пополам, на четыре или восемь частей в зависимости от размера. Затем отбирают по одной части каждого корня или клубня и составляют аналитическую пробу массой не менее 0,5 кг. Несимметричные корни разрезают так, чтобы каждая половина состояла из наиболее толстой и наиболее тонкой частей, так как распределение содержания веществ в корне (например, сахара) неравномерно по его радиусу. Если на анализ берут части (сегменты) меньше половины корня или клубня, то их должно быть четное число и они должны быть расположены одна про-

тив другой. Пробу корнеплодов разрезают на мелкие куски вручную или на измельчителе, а затем пропускают через мясорубку или мезгообразователь. Измельченную массу пробы помещают в эмалированные емкости или стеклянные кристаллизаторы и до взятия навесок накрывают крышками или часовыми стеклами.

Средние образцы сахарной свеклы для оценки качества урожая берут за 2–3 дня до уборки растений. Для этого протягивают шнур по диагонали делянки и по линии шнура выкапывают подряд по пять растений с каждого рядка. Всего с каждой делянки выкапывают по 20 растений. При квадратно-гнездовом размещении растений в образец отбирают все растения из гнезда.

Выкопанные растения очищают от земли тупой стороной ножа или щетками, обрезают боковые корешки и хвостики диаметром менее 1 см, взвешивают все растения (корни и ботву), а затем корни с точностью до 0,1 кг (массу ботвы определяют по разности). Листья в пробах обрезают так, как принято при уборке всего урожая свеклы. При уборке урожая свеклоуборочным комбайном образцы берут из бункера или бурта. Из срезанной грубоизмельченной ботвы отбирают средний образец массой до 1 кг методом крестообразного деления. Анализ образцов корнеплодов сахарной свеклы проводят в день отбора или не позднее чем через сутки.

Относительно сухую свеклу перед измельчением на терке очищают от земли капроновыми щетками, а влажную – сухой тканью. Если корнеплоды очень грязные, их моют и протирают фильтровальной бумагой. Для анализа из корнеплодов вырезают (выстругивают) сектор, обязательно доходящий до сердцевины корня. Сектор вырезают диском терки на свободной от корневых волосков стороне по всей длине корнеплода от головки до хвостика. После измельчения каждого образца коробку, в которую собирают мезгу, тщательно очищают от остатков и вытирают влажной, а затем сухой тряпкой. Мезгу тщательно перемешивают в эмалированном или оцинкованном тазу или противне до получения однородной по цвету массы, после чего берут из 5–6 мест среднюю аналитическую пробу мезги массой около 0,5 кг, кладут в чашку, накрывают стеклом и направляют на анализ.

1.3. Отбор и подготовка к анализам кормовых культур

Образцы однолетних и многолетних трав и травосмеси на сенокосах, а также посевы яровой и озимой вики, сои, сорго, кормового гороха скашивают со всей учетной площади делянок и взвешивают. Образ-

цы берут во все укосы каждого года пользования, чтобы учесть вынос питательных веществ урожаем. С каждой делянки сразу же после скашивания берут из 15–20 точек по одному пробному снопу (около 1 кг), составленному из отдельных пучков растений. Образцы каждого укоса и всех повторений анализируют отдельно, результаты анализа подвергают статистической обработке. В этих же образцах определяют влажность зеленой массы и урожай сена приводят к 16 % влажности.

На пастбищах образцы трав для анализов берут перед началом каждого стравливания. Для отбора образцов трав выделяют каждый раз на новом загоне четыре площади по 0,25 м², отмечают их на плане поля. Траву с этих площадок срезают ножницами или серпом на высоте 5–6 см для высокотравных пастбищ и 3–4 см для низкорослых. Далее поступают так же, как с образцами трав с сенокосов.

Средние образцы кукурузы могут быть отобраны в различной фазе спелости. Если при уборке кукурузы мало початков молочно-восковой спелости (5–10 % от общей массы), то для анализа берут смешанный образец, в который входят листья, стебли и початки, пропорционально содержанию в урожае.

По диагонали делянки на равных расстояниях друг от друга срезают 10 растений. Разделяют початки и стебли с листьями, измельчают на куски размером 2–3 см и после тщательного перемешивания составляют средний образец массой 1 кг, соблюдая между фракциями ту пропорцию, в какой они были в исходном образце. Если кукурузу убирают в более поздней фазе созревания, то число среднесмешанных образцов удваивается, так как отбирают отдельно образец из початков полной, восковой и молочно-восковой спелости и образец из листьев стеблей и початков, не достигших молочно-восковой спелости. Масса каждого образца 1 кг. Образцы составляют исходя из соотношения этих частей в урожае. Для этого каждую часть растения взвешивают, общую суммарную массу принимают за 100 и вычисляют процентное соотношение фракций.

Из предварительно грубоизмельченных на соломорезке или хлеборезке образцов сена, ботвы, стержней початков кукурузы отбирают аналитические пробы массой около 2 кг. Аналитическую пробу подсушивают и размалывают до тонины 1 мм.

1.4. Определение влаги и сухого вещества в воздушно-сухом растительном материале

Содержание воды в растительном материале колеблется в достаточно широких пределах и зависит прежде всего от биологических

особенностей культур. Овощи, корнеплоды, клубни характеризуются более высоким содержанием воды (75–95 %) по сравнению с семенами злаковых и зернобобовых культур. Известно также, что по мере старения растений общий запас воды и относительное ее содержание в тканях снижается.

Растительный материал в воздушно-сухом состоянии всегда содержит определенное количество гигроскопической влаги, которое зависит как от растения, степени измельчения пробы, так и от состояния воздуха: чем выше влажность воздуха, тем больше гигроскопической влаги.

Сущность метода. Определение гигроскопической влаги основано на учете изменения массы воздушно-сухого вещества при высушивании его в термостате при температуре 100–105 °С до постоянной массы.

Проведение анализа. Стекланные бюксы, предварительно высушенные с открытыми крышками в термостате при температуре 100–105 °С до постоянной массы и охлажденные в эксикаторе, взвешивают на аналитических весах, затем в них помещают навеску растительного материала массой 2–3 г и высушивают в термостате (с открытыми крышками бюксов, поставленными вертикально) при температуре 100–105 °С в течение 3–4 ч.

После высушивания бюксы закрывают крышкой, переносят в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Взвешивание повторяют до тех пор, пока разница между двумя последними массами не будет превышать 0,0002–0,0003 г.

Обработка результатов анализа. Содержание сухого вещества (%) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{c - a}{b - a} 100,$$

где a – масса пустой бюксы, г;

b – масса бюксы с навеской растительного материала до высушивания, г;

c – масса бюксы с навеской растительного материала после высушивания, г.

Содержание гигроскопической влаги (%) определяют по формуле

$$Y = \frac{b - c}{c - a} 100.$$

1.5. Определение абсолютно-сухого вещества в свежем растительном материале

Сущность метода. Метод основан на учете изменения массы свежего растительного материала при высушивании его в термостате при температуре 105 °С до постоянной массы, при этом удаляются из растительного образца все виды влаги: свободная, слабосвязанная и гигроскопическая.

Проведение анализа. Берут широкую бюксу, в которую помещают 5–8 г чистого песка, и стеклянную палочку (расположенную в бюксе по диагонали и не мешающую закрывать ее крышкой).

Бюксу вместе с содержимым доводят до постоянной массы в термостате при температуре 100–105 °С. Время высушивания бюксы 30–40 мин. Затем бюксу охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 г. В бюксы отбирают предварительно измельченные и тщательно перемешанные растительные образцы массой 5–7 г, перемешивают их с песком стеклянной палочкой и взвешивают при закрытой крышке на аналитических весах.

Бюксу с растительным материалом помещают в термостат и проводят высушивание в течение 5–6 ч при температуре 105 °С. При этом крышка бюксы должна быть открыта и находиться в вертикальном положении. После высушивания крышку закрывают, бюксу охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают на аналитических весах. Высушивание повторяют, соблюдая вышеназванные требования, до установления постоянной массы, при этом разница в массе бюкс между последними взвешиваниями не должна превышать 0,0002–0,0003 г.

Добавление в бюксы песка, с которым навеска тщательно перемешивается стеклянной палочкой, делает навеску более рыхлой и значительно ускоряет высушивание.

При высушивании свежего растительного материала следует строго соблюдать температурный режим: температура не должна превышать 105 °С. При резком повышении температуры начинается обугливание вещества и потеря массы.

Обработка результатов анализа. Содержание сухого вещества (%) в свежем растительном материале рассчитывают по формуле

$$X = \frac{c-a}{b-a} 100,$$

где a – масса бюксы с песком и палочкой, г;

ϵ – масса бюксы с навеской растительного материала до высушивания, г;

c – масса бюксы с навеской растительного материала после высушивания, г.

Содержание влаги (%) рассчитывают по формуле

$$Y = \frac{\epsilon - c}{\epsilon - a} 100 \text{ или } Y = 100 - X.$$

Работа 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА, ФОСФОРА И КАЛИЯ ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ РАСТИТЕЛЬНОГО МАТЕРИАЛА (8 часов)

Определение азота, фосфора и калия из одной навески растительного материала имеет преимущества перед определением каждого элемента отдельно: сокращается время анализа, расход материалов и реактивов.

Содержание азота в растениях варьирует в широких пределах – от десятых долей до 3–4 % и более (табл. 1). Определение азота необходимо, чтобы знать количество сырого белка в анализируемой продукции, для установления выноса его с урожаем сельскохозяйственных культур и для других целей. При оценке качества растительной продукции чаще определяют именно сырой белок, а не чистый белок, поскольку его определять трудно. Для пересчета на сырой белок содержание общего азота для зерна пшеницы, ржи, ячменя, овса, трав, пивоваренного ячменя, кукурузы, зерновых бобовых, масличных и других культур умножают на коэффициент 6,25.

Таблица 1. Содержание элементов питания в сельскохозяйственных культурах, % на сухое вещество

Культура	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	MgO
1	2	3	4	5	6
Озимая рожь:					
зерно	1,5–1,7	0,6–0,85	0,5–0,65	0,05–0,06	0,13–0,19
солома	0,4–0,6	0,2–0,25	1,05–1,4	0,24–0,40	0,06–0,07
Озимая пшеница:					
зерно	2,0–2,5	0,7–0,9	0,5–0,6	0,05–0,08	0,15–0,19
солома	0,4–0,6	0,2–0,25	1,0–1,3	0,25–0,30	0,08–0,11
Овес:					
зерно	1,9–2,2	0,5–0,6	0,45–0,55	0,1–0,15	0,15–0,19
солома	0,4–0,6	0,2–0,3	1,68–1,85	0,3–0,4	0,08–0,12
Ячмень:					
зерно	1,5–2,0	0,6–0,8	0,5–0,6	0,06–0,08	0,13–0,18
солома	0,35–0,5	0,15–0,25	1,21–1,92	0,2–0,26	0,1–0,16

1	2	3	4	5	6
Гречиха:					
зерно	1,7–1,9	0,6–0,65	0,5–0,6	0,05–0,07	0,14–0,15
солома	0,7–0,9	0,6–0,7	2,3–2,5	0,09–0,1	0,15–0,17
Горох:					
зерно	3,5–4,5	0,9–1,1	1,0–1,2	0,08–0,1	0,12–0,14
солома	1,2–1,5	0,3–0,4	0,5–0,6	1,6–1,8	0,25–0,35
Люпин кормовой:					
зерно	6,5–7,5	1,34–1,75	1,32–1,50	0,3–0,4	0,38–0,6
Клевер красный:					
сено	2,0–2,5	0,6–0,7	2,1–4,0	2,68–3,24	0,3–0,46
Лен:					
семена	4,0–4,4	1,8–1,9	0,9–1,2	0,24–0,37	0,56–0,61
солома	0,3–0,4	0,3–0,4	1,0–1,3	0,5–0,6	0,25–0,26
Картофель:					
клубни	1,0–1,3	0,4–0,6	2,3–2,9	0,05–0,06	0,13–0,15
ботва	1,8–2,2	0,3–0,5	3,7–5,1	2,2–2,7	1,3–1,6
Сахарная свекла:					
корнеплоды	0,5–0,6	0,2–0,3	0,6–1,3	0,12–0,25	0,15–0,4
ботва	1,7–2,4	0,6–0,8	2,4–5,6	0,8–1,5	0,85–1,55

Качество корма по содержанию сырого белка оценивается по 20-балльной шкале: при количестве 15 % и более (в расчете на сухое вещество) – 20 баллов; 14,9–12,7 % – 16 баллов; 12,6–11,7 % – 12 баллов; 11,6–9,9 % – 9 баллов; 9,8–8,3 % – 6 баллов; 8,2–6,1 % – 3 балла и 6 % и менее – 0 баллов.

Важным показателем является выход переваримого протеина и обеспеченность кормовой единицы переваримым протеином. Выход переваримого протеина рассчитывают, умножая выход сырого белка в килограммах на гектар на коэффициент переваримости (табл. 2).

Таблица 2. Коэффициенты переваримости питательных веществ продукции растениеводства

Сельскохозяйственные культуры	Коэффициент переваримости					
	органического вещества	протеина	белка	жира	клетчатки	БЭВ
1	2	3	4	5	6	7
Пшеница (зерно)	–	88	88	65	51	90
Рожь (зерно)	–	83	83	65	58	92
Ячмень (зерно)	–	80	80	75	23	90
Овес (зерно)	–	77	71	80	33	78

1	2	3	4	5	6	7
Просо (семена)	–	80	80	90	33	81
Кукуруза (зерно)	–	72	72	89	59	95
Горох (семена)	–	86	86	63	46	93
Кормовые бобы (семена)	–	87	87	80	58	91
Сахарная свекла	–	79	80	30	49	95
Картофель	–	73	64	93	45	93
Свекла кормовая	–	70	42	70	55	98
Зеленый корм						
Кукуруза в фазе молочно-восковой спелости	74	64	65	66	67	76
Клевер	–	68	62	58	50	74
Люпин кормовой	73	80	79	35	61	84
Вико-овсяная смесь	–	74	65	51	56	69
Горохо-овсяная смесь	–	70	65	68	50	70
Клеверо-тимофеечная смесь	71	61	57	53	64	79
Озимая рожь (зеленая масса)	71	78	66	46	78	68
Ежа сборная	60	64	60	57	57	61
Сено						
Клеверное	–	62	55	55	51	69
Клеверо-тимофеечное	–	54	52	50	49	63
Тимофеевки луговой	–	58	53	50	51	61

Для того чтобы определить обеспеченность 1 к. ед. переваримым протеином (в граммах), необходимо выход переваримого протеина, выраженного в граммах, разделить на урожайность культуры в кормовых единицах, выраженную в килограммах на гектар. Каждая кормовая единица должна быть обеспечена не менее чем 100 г переваримого протеина.

Средний химический состав урожая сельскохозяйственных культур приведен в табл. 3.

Фосфор играет важную роль в обмене углеводов, жиров и белков. Входит в состав АТФ и других соединений, например, фосфолипидов, нуклеиновых кислот. В зерне фосфора больше, чем в вегетативной массе. В зерне злаковых и бобовых культур количество этого элемента обычно колеблется от 3 до 5 г, а в травах – от 2 до 3 г на 1 кг сухого корма.

По содержанию фосфора корма оцениваются следующим образом: более 0,35 % (в расчете на сухое вещество) +8 баллов; 0,34–0,29 % +6 баллов; 0,28–0,24 % +3 балла; 0,23–0,19 % 0 баллов; 0,18–0,14 % –5 баллов; 0,13–0,09 % –10 баллов.

Таблица 3. Средний химический состав урожая сельскохозяйственных культур, %

Культура	Вода	Белки	Сырой протеин	Жиры	Крахмал и другие углеводы (кроме клетчатки)	Клетчатка	Зола
Пшеница (зерно)	12	14,0	16,0	2,0	65	2,5	1,8
Рожь (зерно)	14	12,0	13,0	2,0	68	2,3	1,6
Ячмень (зерно)	13	9,0	10,0	2,2	65	5,5	3,0
Овес (зерно)	13	11,0	12,0	4,2	55	10,0	3,5
Кукуруза (зерно)	15	9,0	10,0	4,7	66	2,0	1,5
Гречиха (зерно)	13	9,0	11,0	2,8	62	8,8	2,0
Горох (семена)	13	20,0	23,0	1,5	53	5,4	2,5
Фасоль (семена)	13	18,0	20,0	1,2	58	4,0	3,0
Соя (семена)	11	29,0	34,0	16,0	27	7,0	3,5
Подсолнечник (ядра)	8	22,0	25,0	50,0	7	5,0	3,5
Лен (семена)	8	23,0	26,0	35,0	16	8,0	4,9
Картофель (клубни)	78	1,3	2,0	0,1	17	0,8	1,0
Сахарная свекла (корнеплоды)	75	1,0	1,6	0,2	19	1,4	0,8
Кормовая свекла (корнеплоды)	87	0,8	1,5	0,1	9	0,9	0,9
Морковь (корнеплоды)	86	0,7	1,3	0,2	9	1,1	0,9
Лук репчатый	85	2,5	3,0	0,1	8	0,8	0,7
Клевер (зеленая масса)	75	3,0	3,6	0,8	10	6,0	3,0
Ежа сборная (зеленая масса)	70	3,1	3,0	1,2	10	10,5	2,9

Содержание калия в вегетативных органах растений обычно больше, чем в репродуктивных. Калий влияет на скорость обновления и уровень накопления белков в растениях. От калия зависит биосинтез крахмала, гидратация коллоидов клеток, дыхание. При содержании калия в количестве 0,7–1,0 % (в расчете на сухое вещество) корм оценивается как оптимальный по этому показателю. Если калия больше или меньше относительно этой величины, корм по содержанию калия характеризуется как выше или ниже оптимального уровня.

Потребность человека в питательных веществах отражена в табл. 4. Суточная потребность человека в белках 80–100 г, фосфоре 1,0–1,5, калии 2,5–5,0, кальции 0,8–1,0 г.

Сущность метода. Озоление растительного материала проводят концентрированной серной кислотой, содержащей селен, в присутствии H_2O_2 . Для приготовления серной кислоты, содержащей селен, аморфный металлический селен растворяют при нагревании в колбе Кьельдаля с концентрированной серной кислотой до полного обесцвечивания из расчета 2,5 г селена на 500 см³ серной кислоты. Эту смесь используют для озоления растительных навесок и приготовления шкалы образцовых растворов. Вместо H_2O_2 можно использовать $HCuO_4$. Этот метод описан в работе 3.

Таблица 4. Потребность человека в питательных веществах

Потребляемое вещество	Суточная норма, г	Потребляемое вещество	Суточная норма, г
Вода	1750–2200	Минеральные вещества:	
Белки	80–100	кальций	0,8–1,0
Незаменимые аминокислоты:	1	фосфор	1,0–1,5
		триптофан	4,0–6,0
лейцин	4–6	калий	2,5–5,0
изолейцин	3–4	хлориды	5,0–7,0
валин	3–4	магний	0,3–0,5
треонин	2–3	железо	0,015
лизин	3–5	цинк	0,010–0,015
метионин	2–4	марганец	0,005–0,010
фенилаланин	2–4	хром	0,0020–0,0025
Заменимые аминокислоты:	1,5–2,0	медь	0,002
		гистидин	
аргинин	5–6	Витамины:	
цистин	2–3	аскорбиновая кислота	0,07–0,10
тирозин	3–4	тиамин	0,0015–0,002
Балластные вещества (клетчатка, пектин)	25–30	токоферол	0,01–0,02
		рибофлавин	0,0020–0,0025
Жиры	80–100	ретинол	0,015–0,020
Холестерин	0,3–0,6	филохинон	0,002–0,003
Фосфолипиды	5	Углеводы:	
		крахмал	400–450
		сахар	50–100
		органические кислоты	2

Озоление

Около 0,2 г воздушно-сухого, измельченного и просеянного через сито с диаметром отверстий 1 мм, растительного материала взвешивают на электронных весах, переносят в пробирку и заливают 2 см³ 30%-ного раствора H₂O₂. Через две минуты в пробирку приливают 3 см³ концентрированной серной кислоты, содержащей селен, и слегка встряхивают. Пробирки помещают в холодные нагревательные блоки и в течение 0,5–1 ч повышают температуру до 380 °С. Озоление ведут до полного обесцвечивания раствора. Время, необходимое для озоления, 1,5–2 ч. После осветления раствор охлаждают, доводят дистиллированной водой до 100 см³ и перемешивают. Раствор является исходным для определения азота, фосфора и калия.

Азот

Определение азота в растворе основано на использовании фотоколориметрического метода, при котором ион аммония окисляется хлором до хлорамина, образуя с салицилатом натрия окрашенное индофенольное соединение с максимумом светопоглощения при длине волны около 655 нм.

Проведение анализа. Для определения азота в стаканы вместимостью 100 см³ из образцовых растворов шкалы и анализируемых растворов отбирают пипеткой по 0,5 см³ и приливают к ним по 47 см³ рабочего окрашивающего раствора, перемешивают, прибавляют пипеткой по 2,5 см³ 0,125%-ного рабочего раствора гипохлорита натрия, снова перемешивают и оставляют на 1 ч при комнатной температуре для полного развития окраски. Одновременно проводят холостое определение. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют при длине волны 655 нм, используя кювету с толщиной просвечиваемого слоя 10 мм. Содержание азота определяют по градуировочному графику, построенному по результатам фотометрирования образцовых растворов шкалы, и пересчитывают на воздушно-сухое вещество в процентах, учитывая массу навески. Содержание азота (X , %) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(a - \epsilon)100}{n},$$

где a – количество азота, определяемого по графику в анализируемом растворе, мг/100 см³;

ϵ – количество азота, определяемого по графику в холостом растворе, мг/100 см³;

n – навеска, мг;

100 – коэффициент для перевода в проценты.

За результат принимается среднее из двух определений. Допустимые расхождения между параллельными определениями 5 отн. %.

Подготовка к анализу. 1. Запасной стандартный раствор аммония: 1,910 г NH₄Cl растворяют в дистиллированной воде и доводят до 1 дм³. Раствор содержит 0,5 мг азота в 1 см³. Шкалу образцовых растворов готовят в мерных колбах вместимостью 100 см³, отбирая в них объемы запасного стандартного раствора, указанные в табл. 5.

Затем в каждую колбу добавляют дистиллированную воду до половины объема, 3 см³ серной кислоты, содержащей селен, и перемешивают. После охлаждения доводят объемы растворов до метки дистил-

лированной водой и снова перемешивают. Раствором сравнения служит нулевой раствор шкалы. При построении графика на оси абсцисс откладывают концентрацию азота ($\text{мг}/100 \text{ см}^3$ раствора), а на оси ординат – оптическую плотность.

Таблица 5. Приготовление шкалы образцовых растворов для определения азота

№ колбы	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем запасного стандартного раствора, см^3	0	4	8	12	16	20	24	28
Содержание N, $\text{мг}/100 \text{ см}^3$	0	2	4	6	8	10	12	14

2. Запасной окрашивающий раствор: 56,7 г салицилата натрия, 16,7 г сегнетовой соли и 26,7 г гидроксида натрия растворяют примерно в 700 см^3 дистиллированной воды. Раствор кипятят 20 мин для удаления следов аммиака. После охлаждения в полученный раствор добавляют 0,4 г нитропрусида натрия и доводят до 1 дм^3 дистиллированной водой. В хорошо закрытой склянке реактив может храниться в холодильнике месяц.

3. Рабочий окрашивающий раствор: к 50 см^3 запасного окрашивающего раствора приливают 410 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 2 н. раствора NaOH. Затем добавляют 0,94 г трилона Б. Раствор готовят в день проведения анализа.

4. Запасной раствор гипохлорита натрия: 150 г хлорной извести перемешивают в стакане вместимостью 500 см^3 с 250 см^3 дистиллированной воды. В другом стакане 105 г углекислого натрия растворяют в 250 см^3 дистиллированной воды. Оба раствора сливают при постоянном помешивании. Масса сначала густеет, затем разжижается. Суспензию оставляют на 1–2 сут для отстаивания, затем прозрачную жидкость сливают и фильтруют. В полученном реактиве определяют концентрацию активного хлора. Для этого 1 см^3 прозрачного фильтрата разбавляют в конической колбе вместимостью 100 см^3 дистиллированной водой до $40\text{--}50 \text{ см}^3$, добавляют 2 г йодистого калия и 10 см^3 1 н. раствора HCl. Образовавшийся йод оттитровывают 0,1 н. раствором тиосульфита натрия, приготовленным из фиксанала, до исчезновения вишневой окраски (1 см^3 0,1 н. раствора тиосульфита натрия соответствует 0,00355 г хлора). Например, на титрование 1 см^3 запасного раствора гипохлорита натрия пошло $22,2 \text{ см}^3$ 0,1 н. раствора тиосульфита натрия. Следовательно, если 1 см^3 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ соответствует 0,00355 г Cl, то $22,2 \text{ см}^3$ – 0,0788 г Cl. Таким образом,

в 1 см³ запасного раствора гипохлорита натрия содержится 0,0788 г Cl, т. е. получен 7,88%-ный раствор гипохлорита натрия. Для получения 100 см³ 0,125%-ного раствора гипохлорита натрия надо взять 1,58 см³ полученного раствора гипохлорита натрия $\left[X = \frac{0,125 \cdot 100}{7,88} = 1,58 \text{ см}^3 \right]$,

т. е. 7,88 %, и довести объем до 100 см³ дистиллированной водой. Запасной раствор гипохлорита натрия (6–10 %) в склянке из темного стекла можно хранить в холодильнике год.

5. Рабочий раствор гипохлорита натрия: нужное количество запасного раствора гипохлорита натрия полученной концентрации разбавляют дистиллированной водой до 0,125%-ной концентрации. Полученный раствор используют в течение дня.

Фосфор

Определение фосфора основано на способности ортофосфорной кислоты в присутствии ванадия образовывать желтое комплексное соединение с молибдат-ионами ($\text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \text{HVO}_3 \cdot 11\text{MoO}_3 \cdot \text{mH}_2\text{O}$ – фосфорно-ванадиево-молибденовый комплекс). Максимум светопоглощения наблюдается в ультрафиолетовой части спектра при 315 нм. Определение проводят в области 460–500 нм, используя синий светофильтр. Окраска устойчива около 48 ч.

Проведение анализа. Для определения фосфора из образцовых растворов шкалы и испытуемых растворов пипеткой с резиновым баллончиком отбирают по 25 см³ и переносят в стаканы вместимостью 50 см³. Прибавляют 15 см³ реагирующей смеси, перемешивают палочкой и через 1 ч проводят измерение оптической плотности на фотокориметре, используя синий светофильтр, кювету с толщиной просвечиваемого слоя 20–30 мм. Раствором сравнения служит нулевой раствор шкалы. Одновременно проводят холостое определение. Содержание фосфора определяют по градуировочному графику, построенному по результатам фотометрирования образцовых растворов шкалы, и пересчитывают на воздушно-сухое вещество в процентах по формуле

$$X = \frac{(a - \sigma)100}{n},$$

где a – количество фосфора, определяемого по графику в анализируемом растворе, мг/100 см³;

v – количество фосфора, определяемого по графику в холостом растворе, мг/100 см³;

n – навеска, мг;

100 – коэффициент для перевода в проценты.

За результат принимается среднее из двух определений. Допустимые расхождения между параллельными определениями 5 отн. %.

Подготовка к анализу. 1. Серная кислота, содержащая селен: готовят аналогично описанной выше.

2. Азотная кислота разбавленная: один объем концентрированной азотной кислоты разводят двумя объемами дистиллированной воды.

3. Раствор ванадиевокислого аммония 0,25%-ный: 2,5 г соли растворяют в кипящей дистиллированной воде, охлаждают, добавляют 20 см³ концентрированной азотной кислоты и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм³.

4. Раствор молибденовокислого аммония 5%-ный: 50 г молибденовокислого аммония растворяют в горячей дистиллированной воде, охлаждают и доводят дистиллированной водой до 1 дм³.

5. Реагирующая смесь: растворы 2, 3, 4 смешивают в соотношении 1:1:1. В темном месте смесь можно хранить полгода.

6. Приготовление шкалы образцовых растворов: 4,393 г КН₂Р₄ (х. ч.) растворяют в дистиллированной воде и доводят до 1 дм³ дистиллированной водой. В 1 см³ запасного стандартного раствора содержится 1 мг фосфора и 1,5196 мг К₂О. Этот раствор служит исходным для приготовления шкалы образцовых растворов, которую готовят в мерных колбах вместимостью 500 см³, отбирая в них объемы запасного стандартного раствора, указанные в табл. 6.

Таблица 6. Приготовление шкалы образцовых растворов для определения фосфора

№ колбы	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем стандартного раствора, см ³	0	1	2	4	6	8	10	16
Содержание Р ₂ О ₅ , мг/100 см ³	0	0,46	0,92	1,83	2,75	3,66	4,58	7,33

В каждую колбу наливают до половины дистиллированной воды и добавляют 15 см³ серной кислоты с селеном (обесцвеченной). После остывания объемы растворов доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Нулевой раствор готовят также в мерных колбах вместимостью 500 см³, добавляя в дистиллированную воду 15 см³ серной кислоты с селеном.

Калий

Пламенно-фотометрическое определение калия основано на зависимости между интенсивностью излучения в пламени возбуждаемого элемента и концентрацией его в растворе. При определении калия используют спектральные линии 76,65 и 76,99 нм.

Проведение анализа. Для определения калия на пламенном фотометре образцовые растворы шкалы и исходные растворы озолатов берут без разбавления. Одновременно проводят холостое определение. Допустимо использование пламени: пропан – бутан – воздух; сетевой газ – воздух; бензин – воздух. По окончании фотометрирования строят градуировочный график, на котором на оси абсцисс откладывают содержание K_2O (мг/100 см³ раствора), на оси ординат – показания гальванометра. Содержание K_2O (X , %) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(a - \epsilon)100}{n},$$

где a – количество K_2O , определяемого по графику в анализируемом растворе, мг/100 см³;

ϵ – количество K_2O , определяемого по графику в холостом растворе, мг/100 см³;

n – навеска, мг;

100 – коэффициент для перевода в проценты.

За результат принимается среднее из двух определений. Допустимые расхождения между параллельными определениями 7 отн. %.

Содержание K_2O в 100 см³ образцовых растворов шкалы указано в табл. 7.

Таблица 7. Приготовление шкалы образцовых растворов для определения калия

№ колбы	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем стандартного раствора, см ³	0	1	2	4	6	8	10	16
Содержание K_2O , мг/100 см ³	0	0,30	0,61	1,22	1,82	2,43	3,04	4,86

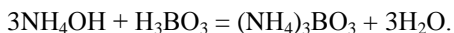
В качестве шкалы образцовых растворов используется шкала, приготовленная для определения фосфора.

Работа 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АММОНИЙНОГО АЗОТА НА ПРИБОРЕ СЕРЕНЬЕВА (ПС-5) (4 часа)

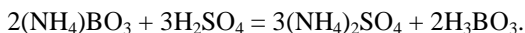
Сущность метода. В основе метода определения аммонийного азота на приборе Сереньева заложен принцип Кьельдаля – поглощение

аммиака раствором борной кислоты и титрование его раствором серной кислоты при совмещении операций отгона и титрования.

В реакционном сосуде прибора под действием щелочи аммонийный азот переходит в аммиак. Образовавшийся аммиак поступает в барботер, поглощается борной кислотой по реакции



При последующем титровании серной кислотой (окончание титрования устанавливают по переходу зеленой окраски в фиолетовую) снова образуется борная кислота:



По количеству серной кислоты, пошедшей на титрование, производится расчет количества азота в анализируемом веществе. На приборе Сереньева можно определить общий и белковый азот, предварительно переведя его в аммонийную форму.

Подготовка к анализу. При определении общего азота навеску воздушно-сухого размолотого биологического материала массой 0,5 г отвешивают с точностью до 0,001 г, помещают в колбу Кьельдаля и изоляют.

Для озоления 0,5 г навески берут 12,5 см³ H₂SO₄ удельным весом 1,84 и 1 см³ HClO₄. Сжигание проводят в вытяжном шкафу до полного осветления содержимого колбы. После осветления раствора в колбе Кьельдаля его охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают. Раствор является исходным для определения азота, а в случае необходимости – фосфора, калия, кальция и натрия.

Устройство прибора ПС-5. Прибор состоит из сосуда реакционного, барботера, штатива лабораторного и электродов.

Сосуд реакционный представляет собой удлиненный стеклянный цилиндр, снабженный воронкой с барботажной трубкой, суженной книзу и доходящей до дна сосуда. Внизу сосуда имеется спускной кран, вверху – газоотводная труба. Сосуд снабжен термостатирующей рубашкой с тремя отводами, для обогрева которой служат титановые электроды.

Барботер состоит из удлиненной, суженной на конус трубки, снабженной снизу спускным краном, сверху – трехходовым краном, соединенным с водоструйным насосом. В центре барботера проходит приемная барботажная трубка, заузженная у дна сосуда и имеющая сверху

горловину для бюретки с пробкой. Боковой отвод барботера соединяется с реакционным сосудом при помощи шланга. Снаружи барботер снабжен водяным холодильником с двумя отводами.

Реакционный сосуд, барботер и бюретка крепятся в стойке лабораторного штатива с помощью зажимов, держателей и кольца. На торцевой поверхности плиты штатива находится гайка заземления.

Электрод состоит из резиновой пробки, в которую вставлена титановая пластина, спаянная с проводом и залитая эпоксидной смолой. В отверстие титановой пластины закрепляется фторпластовая стружка (пластина) для обеспечения равномерного кипения.

Проведение анализа. 1. Прибор ПС-5 включают в сеть и доводят электролит в водяной рубашке до кипения (для ускорения нагрева электролита добавляют 1%-ный раствор лимонной кислоты, заполняющий реактор на 2/3 высоты: вначале на электроды подают 220 В, а когда электролит закипит, напряжение снижают до 120 В).

2. Спускные краны обоих сосудов прибора закрыты.

3. Вакуумный кран ставят на умеренное разрежение (вакуум-насос может быть как водоструйным, так и масляным).

4. Из заполненной бюретки в барботажный титратор (приемник-титратор) приливают 1–2 см³ титранта. Количество титровальной жидкости (титранта) наливают в заведомо меньшем количестве, чем необходимо для анализа. Однако при этом надо иметь в виду, что конец барботажной трубки приемника-титратора должен быть погружен в титровальную жидкость. В противном случае возможны потери аммиака.

5. Пипеткой переносят 5–10 см³ исходного раствора озоленного образца в реакционный сосуд (реактор прибора) через заливную воронку, тщательно смывая его со стенок воронки дистиллированной водой.

6. Сюда же добавляют из полиэтиленовой промывалки 30–40%-ную щелочь (NaOH или KOH) до голубого цвета реакционной смеси (7–10 см³) и ополаскивают воронку небольшим количеством дистиллированной воды.

7. В процессе отгона аммиака окраска титранта в приемнике-титраторе переходит из красно-фиолетовой (или фиолетовой) в зеленую, после чего вновь по каплям добавляют титрант до исходного (красно-фиолетового или фиолетового) цвета. Устойчивость красно-фиолетовой окраски после добавления одной капли титранта в течение 10–20 с свидетельствует об окончании титрования.

8. Для выполнения следующего анализа переключают вакуумный кран на доступность воздуха, сливают жидкость из реактора и приемника-

титратора. Количество титровальной жидкости в бюретке, после снятия отсчета, доводят до нулевой отметки, перекрывают сливные краны, а вакуум-кран вновь переводят на разрежение, и операция повторяется.

Для более удобного наблюдения за изменением окраски титранта при титровании между реактором и приемником-титратором ставят из бумаги белый экран. В конце работы отключают аппарат, промывают оба сосуда водой и смазывают сливные краны вакуумной смазкой. Прибор готов к последующему использованию.

Формула для расчета результатов анализа следующая:

$$N = \frac{a \cdot 0,00014}{H} 100,$$

где a – количество 0,01 н. раствора H_2SO_4 , израсходованное на титрование, $см^3$;

H – навеска образца, соответствующая объему раствора, взятому для анализа, г;

0,00014 – количество азота, эквивалентное 1 $см^3$ 0,01 н. раствора H_2SO_4 , г;

100 – коэффициент для перевода в проценты.

За результат принимается среднее значение из двух определений. При выполнении анализа на приборе Сереньева необходимо проводить контроль за чистотой воздуха, воды, реактивов и работой самого прибора при отгоне аммиака для каждой партии анализов.

Учитывая практическую невозможность прямого проведения контрольного определения на приборе Сереньева (начальный объем кислоты настолько мал, что барботажная трубка приемника-титратора не погружается в раствор титранта, поэтому выделяющийся аммиак не может связываться раствором серной кислоты и улетучивается), применяется следующий способ.

Из приготовленного эталонного раствора $(NH_4)_2SO_4$ с содержанием 0,1 мг азота в 1 $см^3$ раствора в контрольные колбы добавляют такое количество эталонного раствора, которое по концентрации примерно равнялось бы количеству азота в анализируемых пробах, и проводят определение азота, как обычно. Результаты контрольного титрования рассчитывают по формуле

$$K = \frac{6}{a \cdot T},$$

где K – поправочный коэффициент на чистоту воды, воздуха, реактивов и полноту отгонки аммиака;

v – количество азота, внесенное в контрольную колбу для отгона, мг;

a – количество 0,01 н. раствора H_2SO_4 , пошедшее на титрование, $см^3$;

T – количество азота, соответствующее 1 $см^3$ 0,01 н. раствора H_2SO_4 (0,00014 г).

Например, для отгона взяли 1 мг азота (10 $см^3$ эталонного раствора $(NH_4)_2SO_4$). После отгона аммиака на его титрование пошло 6,7 $см^3$ 0,01 н. раствора H_2SO_4 , что соответствует $6,7 \cdot 0,00014 = 0,938$ мг азота. Тогда согласно формуле $K = \frac{1}{0,938} = 1,0661$.

С учетом поправочного коэффициента K формула для расчета результатов анализа имеет следующий вид:

$$N = \frac{a \cdot 0,00014 \cdot K \cdot 100}{H},$$

где a – количество 0,01 н. раствора H_2SO_4 , пошедшее на титрование, $см^3$;
0,00014 – количество азота, соответствующее 1 $см^3$ 0,01 н. раствора H_2SO_4 , г;

K – поправочный коэффициент на чистоту воды, воздуха, реактивов и полноту отгона аммиака;

100 – коэффициент для перевода в проценты;

H – навеска образца, соответствующая объему раствора, взятому для анализа, г.

Реактивы: 1. Титрант. Основу титровальной жидкости составляет 0,01 н. раствор H_2SO_4 , в который добавляется H_3BO_3 для связывания аммиака и индикаторы – метиловый красный и метиловый голубой. Для приготовления 10 $дм^3$ титровальной жидкости необходимо 2,8 $см^3$ серной кислоты удельным весом 1,84 или одна ампула фиксанала (0,1 н. H_2SO_4), 125 мг метилового красного, 35 мг метилового голубого индикатора и 60 г H_3BO_3 . В емкость вместимостью 10 $дм^3$ наливают 8 $дм^3$ дистиллированной воды, растворяют в серной кислоте метиловый красный и переливают в бутылку. Отдельно растворяют борную кислоту (лучше в горячей воде). К этому раствору добавляют метиловый голубой, все переливают в бутылку и доводят дистиллированной водой до 10 $дм^3$.

2. Раствор щелочи $NaOH$ или KOH 40%-ный. Для ускорения отгона аммиака на 1 $дм^3$ щелочи добавляют 1 г серноокислой меди.

3. Эталонный раствор $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$: 0,4717 г перекристаллизованного и высушенного до постоянного веса при температуре 100–105 °С химически чистого $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ растворяют в 1 дм³ безаммиачной дистиллированной воды. В 1 см³ такого раствора содержится 0,1 мг азота.

Работа 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА С ПОМОЩЬЮ ПРИБОРА ВИУА (2 часа)

Прибор ВИУА состоит из трех частей: отгоночной колбы, цилиндрической формы с воронкой, приемника и поглотителя газов из атмосферы.

Проведение анализа. Навеска анализируемого вещества (0,25–0,5 г) сжигается по одному из методов и переносится в мерную колбу вместимостью 250 см³.

Для определения азота пипеткой отмеряют 5 или 10 см³ вытяжки (в зависимости от содержания азота в анализируемом веществе) и переносят в отгоночную колбу прибора. Предварительно подготавливается приемник, для чего в него наливается 10 см³ 2%-ного H_3BO_3 (реактив 1) с реактивом Гроака (реактив 4). Раствор при этом окрашивается в фиолетовый цвет. Затем собирают прибор: колбу с анализируемым раствором помещают в водяную баню, в притертую горловину колбы вставляют приемник, который соединяют с водоструйным насосом. Через воронку (впаенную сбоку цилиндрической колбы) в колбу приливают 5 см³ 40%-ного NaOH (реактив 2) и плотно закрывают пробкой с поглотителем концентрированной H_2SO_4 . Открывают краник, соединяющий приемник с водоструйным насосом, и отгонка аммиака начинается при доведении воды в бане до 80–90 °С. Длительность отгонки до 1 ч. При отгонке раствор в приемнике окрашивается в зеленый цвет. По окончании отгонки содержимое в приемнике титруется 0,01 н. раствором H_2SO_4 (реактив 3) до первоначального фиолетового цвета (обратное титрование). Вычисление результатов производится по формуле

$$N = \frac{a \cdot T \cdot 0,14 \cdot 100}{b} \text{ К},$$

где a – количество 0,01 н. раствора H_2SO_4 , пошедшее на титрование, см³;

T – поправка к титру 0,01 н. раствора H_2SO_4 ;

0,14 – количество азота, соответствующее 1 см³ 0,01 н. раствора H_2SO_4 , мг;

b – навеска анализируемого вещества, соответствующая объему вытяжки, взятому для титрования, мг;

K – коэффициент для пересчета на сухое вещество.

Коэффициент для пересчета на сухое вещество определяют по формуле

$$K = \frac{100}{100 - y},$$

где y – процент влаги;

100 – коэффициент для перевода в проценты.

Реактивы: 2%-ный раствор H_3BO_3 ; 40%-ный раствор $NaOH$; 0,01 н. раствор H_2SO_4 (готовят из фиксанала); реактив Гроака: а) 0,15 г метилового красного растворяют в 102 см³ этилового спирта; б) 0,05 г метилового голубого растворяют в 5 см³ дистиллированной воды; 100 см³ раствора (а) и 4 см³ раствора (б) смешивают и хранят в темной склянке.

Работа 5. ИОНОМЕТРИЧЕСКИЙ ЭКСПРЕСС-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТНОГО АЗОТА В РАСТЕНИЯХ И КОРМАХ (3 часа)

Значение анализа. В связи с тем что повышенное содержание нитратов в пище и кормах может оказывать неблагоприятное влияние на здоровье человека и сельскохозяйственных животных или даже вызывать отравления, ведется контроль за их содержанием в растениях, кормах и воде.

Отравление нитратами наступает обычно, когда в организм взрослого человека поступает NO_3 более 6 мг/кг массы тела. Предельной нормой поступления нитратов в организм взрослого человека считается 3,5 мг на 1 кг веса в сутки. Токсичным является содержание $N-NO_3$ в корме в количестве 0,07 % и более на сухое вещество. Содержание нитратов в воде и молоке не должно превышать 45 мг/л.

Предельно допустимые концентрации нитратов (NO_3) для плодовых и овощных культур следующие: картофель – 150 мг, капуста белокочанная – 400, огурцы – 150, лук (перо) – 400, лук (репка) – 80, свекла – 1400, морковь – 200, томаты – 100, салат, щавель, укроп, петрушка – 1500, кабачки – 400, яблоки, груши, арбузы – 60, дыни – 90 мг/кг сырого продукта.

Предельно допустимые концентрации нитратов в комбикормах, кормовом картофеле, жоме свекловичном, зеленых кормах, силосе,

зернофураже составляют 500 мг; муке рыбной, заменителе цельного молока, муке кормовой животного происхождения – 250; травяной муке – 2000; кормовой муке – 1500 мг на 1 кг сырого продукта. В точном рационе крупного рогатого скота, свиней и птицы содержание нитратов не должно превышать 50 мг на 1 кг живого веса.

Сущность метода. Метод основан на измерении активности нитрат-иона ион-селективным электродом в солевой суспензии 1%-ного раствора алюмокалиевых квасцов при соотношении пробы и раствора алюмокалиевых квасцов 1:100 для сухих растений и кормов, 1:4 для сырого растительного материала.

Проведение анализа сухого растительного материала. Пробы сухого растительного материала или корма массой 0,5 г помещают в бытовые банки, установленные в 10-позиционную кассету, или бутылки вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ 1%-ного раствора алюмокалиевых квасцов, закрывают крышкой или пробкой и взбалтывают на встряхивателе или ротаторе в течение 30 мин. В полученной суспензии измеряют активность иона нитрата.

Проведение анализа сырого растительного материала. Сырой травянистый материал измельчают ножницами и после отбора средней пробы берут навеску массой 12,5 г. Навеску помещают в стакан гомогенизатора, приливают 50 см³ 1%-ного раствора алюмокалиевых квасцов и гомогенизируют 1 мин при 6000 об/мин. При отсутствии гомогенизатора навески массой 12,5 г растирают в ступке до однородной массы, переносят в бытовые банки или бутылки с помощью 50 см³ 1%-ного раствора алюмокалиевых квасцов, закрывают крышками или пробками и перемешивают на ротаторе или встряхивателе в течение 30 мин. После перемешивания суспензии измеряют активность иона нитрата.

Для определения нитратов в овощах, клубнях картофеля или корнеплодах проводят их измельчение на терке или мясорубке, отбирают среднюю пробу массой 12,5 г, заливают 50 см³ 1%-ного раствора алюмокалиевых квасцов и взбалтывают в течение 30 мин на встряхивателе или ротаторе. В полученной суспензии измеряют активность иона нитрата.

Порядок работы на иономере ЭВ-74. Измерение активности иона нитрата в пробе можно проводить в рNO₃ или делать замеры в милливольтах.

$$pNO_3 = -\log CN-NO_3,$$

где CN-NO₃ – концентрация нитратного иона.

На практике чаще всего определение активности нитратного иона проводят в милливольттах. В этом случае нитратный электрод (для любых милливольтметров) подключают к гнезду «Изм.», а хлорсеребряный вспомогательный электрод – к гнезду «Всп.». До работы и в промежутках между определениями на приборе мембранный нитратный электрод ЭВ-NO₃-01 помещается в 0,1 М раствор KNO₃. Вспомогательный хлорсеребряный электрод в промежутках между работой хранится в воде. Перед началом работы оба электрода на 10 мин помещаются в дистиллированную воду.

Порядок работы при определении активности нитрат-ионов заключается в следующем. Перед включением иономера ЭВ-74 в сеть переключатели прибора устанавливаются в положение «t°» и «-1-19», после чего прибор включается в сеть и прогревается в течение 30 мин. При измерении активности иона нитрата измерительный и вспомогательный электроды промываются дистиллированной водой, просушиваются фильтровальной бумагой и погружаются в стаканчик с исследуемым или образцовым раствором. Электроды не должны касаться стенок стаканчика.

Для измерения активности иона нитрата в милливольттах нажимают клавишу «мВ», включают диапазон измерения pH = -1:4, делают отсчет по средней шкале с оцифровкой -1:4 и отсчет умножают 100 мВ. После снятия отсчета (его производят после установления стабильного положения стрелки на шкале) необходимо обязательно нажать на клавишу «t°». При погружении электродов в стаканчик со следующим раствором нажимается клавиша «мВ», снимается отсчет и т. д. После окончания работы нажимаются клавиши «t°» и «-1-19» и прибор отключается от сети.

Для нахождения активности ионов нитрата в пробах используют калибровочный график, построенный на миллиметровой бумаге. На оси абсцисс откладывают величины pNO₃, соответствующие стандартным растворам азотнокислого калия в молях: 2pNO₃ – 10⁻² М, 3pNO₃ – 10⁻³ М, 4pNO₃ – 10⁻⁴ М; на оси ординат – ЭДС, мВ.

Если разность между двумя соседними по концентрации образцовыми растворами меньше 48–50 мВ, электрод в нерабочем состоянии. Найдя по графику значение pNO₃ для исследуемой пробы, делают расчет содержания N–NO₃ в пробе.

Содержание азота нитратов (мг/кг) в анализируемом материале рассчитывают по формуле

$$x = 10^{-p\text{NO}_3} \cdot 14 \frac{B}{H} 10^3,$$

где x – содержание N-NO_3 в анализируемом материале, мг/кг;

14 – атомная масса азота, г;

B – объем экстрагирующего раствора, см^3 ;

H – навеска анализируемого материала, г;

10^3 – коэффициент перевода в миллиграммы;

$p\text{NO}_3$ – отрицательный логарифм концентрации ионов нитратов

($-\log \text{CN-NO}_3$, т. е. $\text{CN-NO}_3 = 10^{-p\text{NO}_3}$).

Преобразование формул позволило упростить расчеты для соответствующих соотношений пробы растений и кормов и экстрагирующего раствора: а) соотношение пробы и растворителя 1:100 (для сухих кормов): содержание N-NO_3 , мг/кг = $\text{Antilog}(6,15 - p\text{NO}_3)$; б) соотношение пробы и раствора 1:4 (для влажных проб): содержание N-NO_3 , мг/кг = $\text{Antilog}(4,75 - p\text{NO}_3)$.

Например, показания прибора 2,80 $p\text{NO}_3$, а соотношение пробы и раствора 1:100. По формуле (а) находим, что содержание N-NO_3 , мг/кг = $\text{Antilog}(6,15 - p\text{NO}_3) = \text{Antilog}(6,15 - 2,80) = \text{Antilog} 3,35$. ($\text{Antilog} 3,35 = 2240$ – по таблице антилогарифмов.) Так как антилогарифм мантиссы (дробная часть логарифма) 35 равен 2240, а характеристика равна 3, что означает 10^3 , т. е. в целую часть результата выделяется число цифр на единицу большее, чем число единиц характеристики. Таким образом, в данной пробе содержится 2240 мг/кг N-NO_3 .

При необходимости пересчета результата на абсолютно сухое вещество пользуются формулой

$$x_1 = -\frac{x \cdot 100}{(100 - W)},$$

где x_1 – содержание N-NO_3 , мг/кг сухого вещества;

x – содержание N-NO_3 в анализируемом материале, рассчитанное по одной из формул, мг/кг;

W – влажность материала, %.

За результат принимается среднее из двух определений. Допустимые расхождения между параллельными определениями 0,05 $p\text{NO}_3$ или 12,5 отн. %.

Аппаратура и реактивы: 1. Ионномер марки ЭВ-74.

2. Электроды. Мембранный нитратный электрод ЭВ- NO_3 -01 перед началом работы в соответствии с инструкцией заполняют 1,5 см^3 0,1 н. раствора KNO_3 и 0,005 н. раствора KCl (10,11 г KNO_3 и 0,37 г KCl

растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³) и доводят до метки дистиллированной водой. Затем в течение суток электрод выдерживают в 0,1 н. растворе KNO₃. Необходимо следить за уровнем раствора в измерительном и вспомогательном электродах. Вспомогательный электрод заполняется насыщенным раствором KCl.

3. Приготовление 1%-ного раствора алюмокалиевых квасцов (K₂SO₄ · Al₂(SO₄)₃ · 24H₂O): алюмокалиевые квасцы массой 10 г взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 дм³.

4. Приготовление стандартных растворов. Приготовление 0,1 М раствора KNO₃: 10,11 г калия азотнокислого перекристаллизованного, высушенного при температуре 100–105 °С до постоянной массы, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 1%-ном растворе алюмокалиевых квасцов в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора до метки. Из этого раствора последовательным 10-кратным разбавлением экстрагирующим раствором готовят стандартные растворы KNO₃ с концентрацией 0,01 М, 0,001 М, 0,0001 М. Полученные растворы используют для построения графика.

Работа 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИНОКИСЛОТНОГО СОСТАВА РАСТИТЕЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ (2 часа)

Значение анализа. В питании человека и животных особое значение имеют белковые вещества. Белок, как известно, состоит из аминокислот, среди которых имеются незаменимые – триптофан, лизин, метионин, лейцин, изолейцин, валин, треонин, фенилаланин. Эти аминокислоты должны поступать с пищей и кормом в определенных количествах и соотношениях. Многие продукты, однако, часто содержат недостаточное количество незаменимых аминокислот. Так, суточная потребность человека в лизине составляет 2–4 г, а в 100 г пшеничного хлеба его содержится только 0,12 г. Белки различных продуктов неравноценны, поэтому для их характеристики установлено понятие биологической ценности. В качестве эталона берут белки куриного яйца и молока, биологическую ценность которых принимают за 100 %. Биологическая ценность пшеничной муки 52 %, лимитирующей аминокислотой является лизин. Поэтому суммарное содержание белков в пище еще не определяет биологической ценности продукции, что говорит о необходимости изучения белковых веществ с учетом содержания в них незаменимых аминокислот. Суточная потребность человека в незаменимых аминокислотах составляет: триптофан – 1 г; лизин, ме-

тионин, фенилаланин – 2–4 г; треонин – 3–5 г; валин – 2–3 г; изолейцин – 4 г; лейцин – 3–4 г (см. табл. 4).

Для оценки пищевой и кормовой ценности растений по содержанию аминокислот во многих случаях достаточно провести кислотный гидролиз целого образца, исключая операцию предварительного извлечения белков. При таком подходе аналитические данные представляют собой сумму свободных аминокислот и аминокислот, входящих в экстрактивные и неэкстрактивные белки.

Сущность метода. Метод заключается в гидролизе белков в кислой среде и определении состава и количества аминокислот в гидролизате с помощью жидкостной хроматографии. При использовании кислотного гидролиза полностью разрушается триптофан и заметно уменьшается количество аминокислот, содержащих серу. Поэтому для определения этих аминокислот (особенно триптофана) следует использовать щелочной метод гидролиза.

Проведение анализа. Подготовка к анализу заключается в приготовлении 6 н. раствора соляной кислоты и цитратного буферного раствора с рН 2,2.

Приготовление 6 н. раствора HCl. Соляную кислоту (плотность 1,17–1,19 г/см³) смешивают с водой из расчета 492 см³ кислоты на 1 дм³ раствора.

Приготовление цитратного буферного раствора с рН 2,2. Растворяют в дистиллированной воде 16 см³ концентрированной соляной кислоты (37 %), 21 г лимонной кислоты, 8,4 г NaOH, 11,7 г NaCl; доводят полученный раствор водой до 1 дм³ и хранят в холодильнике.

Проведение гидролиза образцов и подготовка гидролизатов к анализу. Навеску массой 100 мг воздушно-сухого вещества помещают в пробирку и заливают 20 см³ 6 н. раствора HCl. Пробирку закрывают, ведут гидролиз и выдерживают в термостате при температуре не выше 103–105 °С в течение 24 ч при периодическом взбалтывании. Гидролизат очищают от гуминов центрифугированием (5 мин при 1–2 тыс. оборотов). Для этого содержимое пробирки по окончании гидролиза переносят в центрифужные пробирки вместимостью 25 см³. Жидкость над осадком после центрифугирования переносят в фарфоровую чашку. Осадок гуминов два раза промывают дистиллированной водой, переносят надосадочную жидкость в ту же фарфоровую чашку и упаривают досуха на водяной бане при температуре 25 °С. Сухой препарат в чашке обрабатывают дистиллированной водой (5–7 см³) и снова выпаривают досуха. Затем сухой препарат разбавляют в 5 см³ буфер-

ного раствора с рН 2,2 (или в 10 см³, если анализируют бобовые культуры) и переносят во флаконы из-под пенициллина, закрывают пробкой и до анализа хранят в холодильнике. Анализ гидролизатов проводится по стандартным программам для гидролизатов на автоматических анализаторах аминокислот.

Работа 7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОГО ЖИРА В РАСТЕНИЯХ И КОРМАХ (4 часа)

Значение анализа. Жиры являются смесью сложных эфиров глицерина и кислот жирного ряда. Растительные жиры, называемые обычно маслами, как правило, имеют жидкую консистенцию. Их делят на высыхающие (льняное, конопляное, маковое, ореховое масла), полувысыхающие (подсолнечное, соевое, хлопковое, сурепное) и невысыхающие (оливковое, арахисовое). К невысыхающим относят масло кокосов и какао, имеющее твердую консистенцию. Твердые жиры содержат более половины насыщенных жирных кислот, а в жидких маслах больше ненасыщенных жирных кислот. Запасные жиры накапливаются в семенах и плодах растений, особенно зародышах.

При содержании жира в количестве 6 % (в расчете на сухое вещество) корм оценивают как оптимальный по этому показателю.

Сущность метода. Методы определения жира основаны на способности его извлекаться под действием различных органических растворителей. Одновременно с жирами органические растворители извлекают ряд других соединений (фосфатиды, пигменты, эфирные масла и др.). Поэтому сумма веществ, извлекаемых органическими растворителями, называется сырым жиром.

Данный метод основан на способности растительных жиров растворяться в органических растворителях. Наиболее доступен и удобен в работе этиловый (серный) эфир, температура кипения которого 35 °С. Определяется потеря в массе вещества после экстракции его этиловым (серным) эфиром.

Проведение анализа. Определение сырого жира проводится в следующей последовательности. Готовят пакетики из обезжиренной фильтровальной бумаги. Для правильных расчетов содержания жира в исследуемой навеске необходимо знать содержание гигроскопической воды в пакетиках. При массовых анализах определяют влажность сразу всей нормы пакетиков. Подготовку пакетиков следует проводить не менее чем за две недели до начала анализов. Нарезают фильтро-

вальную бумагу по размеру пакетиков и готовят пакетики в необходимом количестве. Определяют массу воздушно-сухой и абсолютно сухой бюксы, высушенной в течение 1 ч при температуре 105 °С. Из партии пакетиков берут 10 шт. (масса около 1,5 г), помещают в заранее взвешенную бюксу, высушивают при температуре 105 °С до постоянной массы. При проведении анализа ежедневно в начале и конце работы определяют массу этой бюксы уже с воздушно-сухими пакетиками, контролируя таким образом возможное изменение влажности бумаги. Влажность пакетиков (В) определяют в процентах по формуле

$$B = \frac{a - б}{a} 100,$$

где а – масса воздушно-сухих пакетиков, г;

б – масса абсолютно сухих пакетиков, г.

Пример расчета. Масса абсолютно сухой бюксы 28,0748 г; масса воздушно-сухой бюксы 28,0778 г, масса абсолютно сухой бюксы с пакетиками после высушивания 30,4776 г; масса воздушно-сухой бюксы с воздушно-сухими пакетиками 30,6519 г.

$$B = \frac{(30,6519 - 28,0778) - (30,4776 - 28,0748)}{(30,6519 - 28,0778)} 100 = 6,65 \%$$

В пронумерованные простым карандашом и взвешенные на электронных весах пакетики из воздушно-сухой фильтровальной бумаги помещают из растертой аналитической пробы две навески по 0,6–0,7 г. Все операции проводят при взвешивании быстро, чтобы вещество не поглотило влагу из воздуха, так как масло на воздухе окисляется и растворимость его снижается, что ведет к получению заниженных результатов. Испытуемый материал перед анализом подсушивают. Пакетики с навесками кладут в небольшие мешочки из марли по 10–12 штук в каждый, завязывают и помещают в банки с притертыми пробками, куда сразу же заливают чистый этиловый эфир, предварительно обезвоженный. Настаивают в течение 2 сут, сменяя за это время эфир 2–3 раза. Параллельные навески от одного образца помещают в разные банки. Экстрагирование жира проводят в аппаратах Сокслета. Для этого мешочки с пакетиками щипцами переносят в аппараты Сокслета. Экстракцию проводят 8–10 ч в зависимости от масличности семян. Время экстрагирования сокращается до 4 ч, если предварительное настаивание равнялось двум суткам. Для определения полноты экстрагирования каплю экстрактора наносят на часовое стекло. Если жир извлечен полностью, на стекле не останется никакого пятна. Работу ап-

парата Сокслета нужно регулировать так, чтобы в течение часа происходило 6–8 сливаний эфира, а температуру воды в банях поддерживать в пределах 50–60 °С в зависимости от температуры воздуха в помещении. Если необходимо прервать экстракцию исследуемого вещества, его оставляют в экстракторе, заполненном эфиром. По окончании экстрагирования для удаления паров эфира мешочки вынимают из экстракторов и пакетики раскладывают на бумаге в вытяжном шкафу. Затем пакетики переносят в стеклянные бюксы с притертыми крышками. В каждую бюксу помещают 8–10 пакетиков и высушивают в термостате при температуре 105 °С в течение 4 ч, после чего охлаждают в эксикаторе и каждый пакетик взвешивают.

Обработка результатов анализа. Содержание жира (x) в процентах в навеске рассчитывают по формуле

$$x = \frac{(a - б) - (в - \Gamma)}{a - б} 100,$$

где a – масса воздушно-сухого пакетика с абсолютно сухой навеской, мг;

$б$ – масса воздушно-сухого пакетика, мг;

$в$ – масса абсолютно сухого пакетика с абсолютно сухой обезжиренной навеской, мг.

Массу абсолютно сухого пакетика рассчитывают по формуле

$$\Gamma = \frac{б(100 - д)}{100},$$

где $б$ – масса воздушно-сухого пакетика, мг;

$д$ – содержание гигроскопической воды в фильтровальной бумаге, %.

Пример расчета. Масса воздушно-сухого пакетика 267 мг; содержание гигроскопической воды в фильтровальной бумаге 6,65 %; масса абсолютно сухого пакетика

$$\Gamma = \frac{267(100 - 6,65)}{100} = 249 \text{ мг.}$$

Масса воздушно-сухого пакетика с абсолютно сухой навеской 957 мг; масса абсолютно сухого пакетика с абсолютно сухой обезжиренной навеской 531 мг; содержание жира в навеске

$$x = \frac{(957 - 267) - (531 - 249)}{957 - 267} 100 = 59,1 \text{ \%}.$$

За результат принимается среднее из двух определений. Допустимые расхождения между параллельными определениями 10 отн. %.

Аппаратура и реактивы: весы электронные, баня водяная, аппараты Сокслета, щипцы тигельные, лабораторная мельница или ступа, пинцет, металлические и стеклянные бюксы, пакетики из фильтровальной бумаги, воронки химические, эксикатор, банки с притертыми пробками, эфир этиловый (серный).

Работа 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫРОЙ КЛЕТЧАТКИ ПО ГЕННЕБЕРГУ И ШТОМАНУ

(модификация с 5-минутным отсасыванием) (4 часа)

Значение анализа. Клетчатка является главной составной частью клеточных стенок и относится к высокомолекулярным углеводам. При гидролизе клетчатки образуется β и α -глюкоза.

Содержание клетчатки в грубых кормах достигает 40–60 %, а иногда и более, в зеленых кормах – 10–20 %, в корнеплодах – 1 %. Переваримость клетчатки очень незначительная, однако она способствует перистальтике кишечника и облегчает доступ пищеварительных соков к пищевой массе. Для хорошего усвоения продуктов питания и кормов необходимо выдержать определенное соотношение между клетчаткой и другими компонентами продуктов питания и кормов. Завышенное содержание клетчатки в кормах резко ухудшает их качество.

Качество кормов по содержанию клетчатки оценивается по 20-балльной шкале: при количестве клетчатки менее 25 % (в расчете на сухое вещество) – 20 баллов; 26,1–29,0 % – 16 баллов; 29,1–32,0 % – 12 баллов; 32,1–36,0 % – 8 баллов; 36,1–39,0 – 4 балла и более 40 % – 0 баллов.

Суточная потребность человека в клетчатке составляет 25 г. Она улучшает перистальтику кишечника и способствует выведению холестерина из организма, т. е. обладает противосклеротическим действием.

Сущность метода. Метод основан на удалении из навески корма кислотным и щелочным гидролизом легкорастворимых углеводов, крахмала, белков, амидов, аминов, жира и лепоидных веществ, а также частично гемицеллюлоз и лигнина. Полученный остаток, имеющий в своем составе в основном целлюлозу, небольшое количество гемицеллюлоз и лигнина, представляет собой сырую клетчатку.

Проведение анализа. Навеску воздушно-сухого измельченного корма массой 1,5 г для грубых и сочных кормов, 2 г для концентратов помещают в стакан вместимостью 300–400 см³ с меткой на 200 см³ и

заливают 200 см³ 4%-ного раствора H₂SO₄, предварительно подогретого до 70–80 °С. Смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой, нагревают до кипения на плитке и кипятят в течение 5 мин. Затем стакан снимают с плитки, дают отстояться осадку и горячий раствор отсасывают с помощью воронки Джандиери с бумажным фильтром или (для кормов с содержанием клетчатки не ниже 5 %) через воронку, обтянутую тканью для капронового сита с диаметром отверстий не более 0,1 мм, используя для создания вакуума водоструйный или вакуумный насос. Бумажный фильтр вырезают точно по диаметру воронки Джандиери с тем, чтобы закрыть все отверстия ее дна, смачивают водой и, плотно прижав ко дну воронки, отсасывают горячий раствор в колбу Бунзена. По мере понижения уровня жидкости в стакане воронку опускают, не погружая ее слишком глубоко. Затем воронку вынимают из стакана, переворачивают фильтром вверх и дают оставшейся жидкости стечь в колбу. После этого фильтр снимают пинцетом, прикладывают его к внутренней стенке стакана и струей горячей дистиллированной воды из промывалки смывают приставшие частицы. Далее в стакан приливают горячую дистиллированную воду до 200 см³ и снова отсасывают жидкость. Проводят три таких отсасывания. После третьего отсасывания смывают фильтр небольшим количеством дистиллированной воды, приливают в стакан 100 см³ 5%-ного раствора гидроксида калия и доливают дистиллированной водой до 200 см³. Затем кипятят в течение 5 мин. Содержимое стакана фильтруют через воронку Бюхнера с бумажным фильтром, предварительно высушенным в течение 1 ч при температуре 105 °С и взвешенным вместе с бюксой. Осадок на воронке Бюхнера тщательно отмывают от щелочи горячей дистиллированной водой, затем промывают 15 см³ спирта и 15 см³ эфира. Промытый осадок с фильтром переносят в ту же бюксу, в которой высушивали пустой фильтр, сушат в термостате при температуре 105 °С в течение 4 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах.

Обработка результатов анализа. Содержание сырой клетчатки в воздушно-сухом веществе (x , %) рассчитывают по формуле

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

где b – вес сырой клетчатки, рассчитанный по разности между массой бюксы с фильтром и осадком и массой фильтра и бюксы, г;

a – навеска корма, г;

100 – коэффициент для перевода в проценты.

За результат принимается среднее из двух определений. Допустимые расхождения между параллельными определениями 10 отн. %.

Приборы, материалы и реактивы: весы электронные; шкаф сушильный; плитка электрическая; насос вакуумный; эксикатор; бюксы стеклянные ($d = 3,5$ см; $h = 10$ см); палочки стеклянные с резиновыми наконечниками; стаканы химические вместимостью 300, 400 см³; воронка Джандиери; воронка стеклянная ($d = 7$ см); воронка Бюхнера ($d = 8-10$ см); цилиндры мерные вместимостью 100, 250, 500, 1000 см³; колбы Бунзена вместимостью 1, 2, 5 дм³; колбы мерные вместимостью 500, 1000 см³; фильтры бумажные (красная, желтая лента); лакмусовая бумага красная; вода дистиллированная; кислота серная х. ч., 4%-ный раствор (23,3 см³ H₂SO₄ растворяют в дистиллированной воде и после охлаждения доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм³); калия гидроокись х. ч., 5%-ный раствор.

Работа 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРОТИНА В КОРМАХ ПО ЦИРЕЛЮ (4 часа)

Значение анализа. Каротин является соединением, из которого в организме образуется ретинол (витамин А). Он синтезируется большей частью высшими растениями. Главными источниками пищевого каротина, называемого провитамином А, являются морковь, капуста листовая, лук зеленый, горошек зеленый, томаты, абрикосы, сливы и другие плоды и овощи. Потребность животных в каротине удовлетворяется в основном за счет поедания люцерны, клевера, тимофеевки, мятлика и других зеленых кормов. Суточная норма витамина для взрослого человека 1,5–2,5 мг. Потребность в каротине у животных большая. Суточная норма (на 100 кг живой массы) у коров 50–80 мг, у быков-производителей – 70–100, у овец и баранов – 25–60, у свиноматок – 20–30, у хряков – 50–60, у рабочих лошадей – 20–25, у племенных лошадей – 40–50 мг.

Сущность метода. Метод основан на способности каротина растворяться в органических растворителях, образуя при этом желтую окраску. Так как в бензине растворяются и другие пигменты (хлорофилл), их отделяют от каротина с применением сорбента. Измерение оптической плотности окрашенного раствора проводят на длине волны 450 нм.

Проведение анализа. Пробу сена (соломы) измельчают на измельчителе или ножницами (длина резки не более 1–1,5 см), тщательно перемешивают и из разных мест отбирают пробу массой до 100 г, ко-

торую размалывают на мельнице без предварительного подсушивания. Затем из разных мест хорошо перемешанной пробы берут навеску массой 1–3 г, взвешенную на электронных весах, переносят в бытовые банки вместимостью 200 см³, добавляют 5 г безводного сернокислого натрия, 10 г окиси алюминия 10%-ной влажности, 0,5 г окиси кальция и 100 см³ бензина. Тщательно перемешивают, плотно закрывают банку крышкой и оставляют в темном месте на 18–20 ч. Травяную муку анализируют без предварительного измельчения.

Пробу свежего растительного материала измельчают на измельчителе (зеленая масса), мезгообразователе (кормовые корнеплоды) или ножницами (силос). Тщательно перемешивают и из разных мест берут навеску, взвешенную на электронных весах, массой 10–20 г в зависимости от ожидаемого содержания каротина. Навеску переносят в стакан гомогенизатора, на дно которого насыпано 15 г сернокислого натрия (в навеску силоса добавляют соду на кончике ножа), наливают 50–60 см³ бензина и гомогенизируют 2 мин при 5000 об/мин. При отсутствии гомогенизатора навеску, смочив небольшим количеством бензина, растирают 4–5 мин до однородного состояния в фарфоровой ступке с 5 г песка или измельченного стекла и 15 г сернокислого натрия. Подготовленную навеску осторожно переносят в бытовую банку вместимостью 200 см³, тщательно обмывая стакан гомогенизатора или ступку с пестиком минимальным количеством бензина. Добавляют в банки 10 г окиси алюминия 10%-ной влажности и 0,5 г окиси кальция, доводят бензином до метки и перемешивают. Плотно закрыв банку полиэтиленовой крышкой, оставляют в темном месте на 18–20 ч.

На следующий день пипеткой с резиновой грушей осторожно переносят прозрачный отстоявшийся раствор в кювету фотоэлектроколориметра с толщиной просвечиваемого слоя 20–30 мм. Сравнительным раствором при фотометрировании служит бензин. При большой оптической плотности раствора 25 см³ вытяжки переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят бензином до метки. Результаты определения каротина в этом случае удваиваются.

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

$$x = \frac{a \cdot 0,00416 \cdot 100}{n},$$

где a – количество исходного раствора, эквивалентное раствору, найденному по графику, см³;

0,00416 – коэффициент перевода 1 см³ исходного раствора К₂Сг₂О₇ в эквивалентное количество миллиграммов каротина (для азобензола 0,00235);

n – навеска, г;

100 – коэффициент пересчета на 1 кг корма.

Допустимое расхождение между двумя параллельными определениями 20 % (при x = 100 мг/кг).

Приборы, материалы и реактивы: фотоэлектроколориметр, гомогенизатор, фарфоровая ступка с пестиком, бытовые банки вместимостью 200 см³, пипетки вместимостью 50 и 100 см³, бюретки вместимостью 50 см³, мерные колбы вместимостью 50 и 100 см³, бензин Б-72.

Стандартный раствор двуххромовокислого калия. Растворяют 0,720 г бихромата калия в дистиллированной воде. Объем раствора доводят дистиллированной водой до 1 дм³. (1 см³ раствора соответствует 0,00416 мг каротина.)

Стандартный раствор азобензола. Растворяют 0,145 г азобензола в этиловом спирте. Доводят объем раствора этиловым спиртом до 1 дм³. (1 см³ полученного раствора соответствует 0,00235 мг каротина.) Хранят раствор не более недели в темном холодном месте.

Окись алюминия 10%-ной влажности. К 900 г безводной окиси алюминия, просеянной через сито (диаметр отверстий 1 мм), добавляют 100 см³ дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Реактив хранят в герметически закрытом сосуде и используют для анализа не ранее следующего дня.

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

Шкала образцовых растворов. В мерные колбы вместимостью 100 см³ из бюретки вносят 10, 20, 30, 40 и 50 см³ приготовленного стандартного раствора двуххромовокислого калия или азобензола, доводят объем дистиллированной водой (во втором случае – спиртом) до метки, тщательно перемешивают.

При измерении оптической плотности образцовых растворов бихромата калия для сравнения используют воду, а растворов азобензола – спирт.

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

На графике на горизонтальной оси наносят величину объемов стандартных растворов бихромата калия (азобензола), а на вертикальной – соответствующую оптическую плотность раствора.

Работа 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРАХМАЛА В РАСТЕНИЯХ (3 часа)

Значение анализа. Крахмал относится к основным резервным углеводам. Состоит из молекул глюкозы и откладывается в виде зерен. Зерна крахмала имеют слоистую структуру. Размер и форма этих образований у разных растений неодинаковы.

Так, основным показателем качества картофеля является накопление крахмала, от которого зависят его вкусовые качества. Содержание крахмала в клубнях картофеля варьирует от 8 до 30 %, но чаще находится в интервале 14–18 %.

В зерне содержание крахмала изменяется в зависимости от биологии культуры: в зерне пшеницы – 57–75 %, в ячмене – 56–66 %, рисе – 62–86 %, кукурузе – 57–72 %.

10.1. Определение крахмала в зерне

Сущность метода. Метод основан на измерении угла вращения плоскости поляризации поляризованного луча света, проходящего через раствор сахара, в который превращается крахмал после кислотного гидролиза.

Проведение анализа. Часть аналитической пробы зерна домалывают дополнительно до тонины помола 0,5 мм. На электронных весах взвешивают на глянцевой бумаге 5 г воздушно-сухой муки этого помола.

Затем навеску переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ с расширенным горлом (колба Кальрауша) и приливают пипеткой 50 см³ 1,124%-ного раствора соляной кислоты (реактив 1). Кислоту приливают так, чтобы мука равномерно распределялась в жидкости и не прилипла к стенкам колбы. После этого колбу погружают на 15 мин в кипящую водяную баню так, чтобы вода доходила до уровня жидкости. При этом колбу все время встряхивают. Чтобы гидролиз крахмала прошел полностью, его проводят в бурно кипящей бане. После 15-минутного гидролиза колбы вынимают из бани, доливают холодной водой до 90 см³ и быстро охлаждают до 20 °С. После гидролиза для осаждения белков и осветления раствора добавляют либо 4–5 см³ 4%-ного раствора фосфорновольфрамовой кислоты (реактив 2), либо сначала 1 см³ 30%-ного раствора сернокислого цинка (реактив 3), затем после тщательного перемешивания – 1 см³ 15%-ного раствора ферроцианида калия (реактив 4) и снова перемешивают. Содержимое

колбы доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через двойной складчатый фильтр в сухую колбу. Первые мутные порции фильтрата сливают обратно в воронку. Фильтратом наполняют поляризационную трубку и сразу же делают первый отсчет по шкале сахариметра. Отсчет должен быть сделан быстро. Заполняя поляризационную трубку новой порцией фильтрата, делают следующий отсчет. Всего должно быть не менее трех отсчетов. Расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,1 шкалы.

Обработка результатов анализа. Содержание крахмала в пересчете на абсолютно сухое вещество вычисляют по формуле

$$x = \frac{a \cdot k \cdot 100}{(100 - e)},$$

где x – содержание крахмала в пересчете на абсолютно сухое вещество, %;

a – среднее показание сахариметра;

k – переводной коэффициент, который равен: для пшеницы – 1,898; кукурузы – 1,879; ржи – 1,885; ячменя – 1,912; овса – 1,914; риса – 1,866; проса – 1,818;

e – гигроскопическая вода, %.

За результат принимается среднее из двух определений. Расхождение между параллельными определениями 0,5 абс. %.

Реактивы: 1) 1,124%-ный раствор соляной кислоты: 24,7 см³ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ или же 40 см³ 25%-ного раствора плотностью 1,125 г/см³ доводят водой до 1 дм³;

2) раствор фосфорновольфрамовой кислоты: 4 г фосфорновольфрамовой кислоты растворяют в 70–80 см³ дистиллированной воды, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки;

3) 30%-ный раствор сернокислого цинка: 300 г сернокислого цинка растворяют в 700 см³ дистиллированной воды;

4) 15%-ный раствор ферроцианида калия: 150 г соли растворяют в 250 см³ дистиллированной воды.

10.2. Поляриметрический метод определения крахмала в картофеле

Сущность метода. Метод основан на способности раствора глюкозы, полученной после кислотного гидролиза картофельного крахмала,

вращать плоскость поляризации светового луча. Угол вращения поляризованного луча зависит от концентрации глюкозы в растворе.

Проведение анализа. Отвешивают 12,5 г картофельной мезги на технических весах и помещают в фарфоровую чашку. Навеску смывают 1%-ной соляной кислотой (реактив 1) в колбу Штифта вместимостью 100 см³. Колбу закрывают пробкой с обратным холодильником и помещают в кипящую водяную баню на 15 мин. Затем приливают 50–60 см³ воды и быстро охлаждают. Для осветления раствора приливают 1 см³ 20%-ной фосфорновольфрамовой кислоты (реактив 2), перемешивают, колбу доливают водой до метки, закрывают пробкой, встряхивают и фильтруют через двойной фильтр в сухую посуду. Фильтрат немедленно поляризуют в трубку длиной 200 мм.

Обработка результатов анализа. Содержание крахмала (x , %) определяют по формуле

$$x = \frac{100 \cdot 100 \cdot a}{D \cdot l \cdot c},$$

где a – найденный угол вращения;

D – удельное вращение картофельного крахмала (для картофельного крахмала оно равно 195,4);

l – длина поляризационной трубки, дм (2 дм);

c – навеска анализируемого материала, г;

100, 100 – коэффициент для выражения результатов анализа, %, и общий объем экстракта, см³.

За результат принимается среднее из двух определений. Допустимые расхождения между параллельными определениями 0,5 абс. %.

Реактивы: 1) 1%-ный раствор соляной кислоты: 24,8 см³ концентрированной соляной кислоты (уд. вес 1,19) растворяют в дистиллированной воде и доводят до 1 дм³ водой;

2) 20%-ный раствор фосфорновольфрамовой кислоты: 200 г реактива растворяют в дистиллированной воде, объем доводят до 1 дм³ водой.

Работа 11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ (ВИТАМИНА С) (4 часа)

Определение содержания витамина С в урожае сельскохозяйственных культур, и прежде всего в плодах и овощах, имеет важное значение для качественной оценки растительных продуктов питания. Количество витамина С в растениях зависит от почвенно-климатических условий выращивания и системы удобрения.

Сущность метода. Метод определения аскорбиновой кислоты основан на ее способности восстанавливать целый ряд органических соединений, и в том числе красителя 2,6-дихлорфенолиндофенол, в бесцветное соединение. Количество обесцвеченной краски соответствует количеству аскорбиновой кислоты в анализируемом материале.

Проведение анализа. Навеску измельченного материала (1–3 г для зеленых листьев и 5–10 г для корнеплодов, кочанов, луковиц, плодов и др.) помещают в фарфоровую ступку. Добавляют на кончике скальпеля кварцевый песок и приливают в ступку 20 см³ 1%-ной соляной кислоты. Содержимое ступки растирают пестиком до гомогенной массы, растирание длится не более 10 мин. Гомогенат из ступки количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, пользуясь воронкой без фильтра и стеклянной палочкой. Остатки гомогената на ступке, пестике и палочке многократно смывают 2%-ным раствором метафосфорной кислоты в ту же колбу, перемешивают содержимое и метафосфорной кислотой доводят до метки. Содержимое колбы оставляют на 10–15 мин для лучшей экстракции аскорбиновой кислоты и осаждения белков. Гомогенат фильтруют через рыхлый бумажный фильтр в сухую коническую колбу или стакан вместимостью 100 см³. Из фильтрата берут две параллельные пробы по 10–20 см³ и переносят в малые фарфоровые чашки, их содержимое титруют из микробюретки синей краской (2,6-дихлорфенолиндофенолом) до появления ясно-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин, каждую каплю краски размешивают в чашке стеклянной палочкой.

Учитывая, что смесь соляной и метафосфорной кислоты может также обладать восстановительными свойствами по отношению к синей окраске, вводят поправку в результаты опытного титрования. Для этого в контрольную колбу вместимостью 100 см³ помещают 20 см³ 1%-ной соляной кислоты, доводят до метки метафосфорной кислотой, перемешивают. Берут две параллельные пробы раствора, равные по объему опытным, и помещают в чистые фарфоровые чашки. Титруют контрольные растворы синей краской из микробюретки. Данные контроля вычитают из результатов титрования опытного образца.

Обработка результатов анализа. Содержание аскорбиновой кислоты выражают в миллиграммах витамина на 100 г сырой массы:

$$C = \frac{v \cdot x \cdot 0,088 \cdot V \cdot 100}{n \cdot d},$$

где v – объем раствора краски, пошедшей на титрование, см³;

x – нормальность краски;

0,088 – миллиграмм-эквивалент краски;
 V – объем (общий) экстракта, см^3 ;
 d – объем экстракта, взятый на титрование, см^3 ;
 n – навеска, г.

Реактивы: 1. Соляная кислота (НС1) 1%-ная: растворяют 22,6 см^3 концентрированной кислоты в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 дм^3 .

2. Метафосфорная кислота (HPO_3) 2%-ная: растворяют 20 г кристаллической кислоты в дистиллированной воде в колбе объемом 1 дм^3 .

3. Раствор 2,6-дихлорфенолиндофенола 0,001-нормальный (синяя краска): растворяют 60 г сухой краски в теплой дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 200 см^3 , добавляют 4–5 капель 0,01 н. раствора NaOH , взбалтывают колбу в течение 10 мин, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют через плотный фильтр. Раствор краски готовят перед употреблением. Нормальность краски устанавливают в день проведения анализа по 0,001 н. раствору йодата калия точно известной нормальности.

4. Раствор йодата калия (KJO_3) 0,001-нормальный: растворяют 0,0357 г раствора в дистиллированной воде и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм^3 .

Определение нормальности краски 2,6-дихлорфенолиндофенола. Известно, что 1 см^3 0,001 н. раствора йодата калия эквивалентен 0,088 мг аскорбиновой кислоты. Готовят раствор аскорбиновой кислоты слабой концентрации, для чего 1,5 мг кислоты растворяют в мерной колбе вместимостью 50 см^3 в 2%-ной соляной кислоте и доводят этой кислотой содержимое колбы до метки. Берут две параллельные пробы раствора по 10–15 см^3 в фарфоровые чашки, первую из них титруют раствором синей краски, а вторую – раствором йодата калия, но в эту чашку перед титрованием добавляют 5–10 мг (на кончике скальпеля) йодистого калия (KI) и 5 капель 1%-ного раствора крахмала. Нормальность краски рассчитывают по формуле

$$X = \frac{a \cdot N}{v},$$

где X – нормальность краски;

a – объем йодата калия, пошедший на титрование, см^3 ;

N – нормальность йодата калия;

v – объем синей краски, пошедшей на титрование такой же пробы, см^3 .

Содержание витамина С в овощах и плодах приведено в табл. 8.

Таблица 8. Содержание витамина С в овощах и плодах,
мг на 100 г сырой массы

Овощи	Содержание витамина С	Плоды	Содержание витамина С
Картофель	10–20	Яблоки	5–30
Белокочанная капуста	10–40	Вишня	5–15
Капуста цветная	50–150	Виноград	0–5
Морковь	5–10	Черная смородина	100–400
Томаты	20–40	Лимон	40–60
Лук репчатый	5–20	Шиповник	1000–4000
Лук зеленый	40–60	Зерно злаков	0

Работа 12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ В РАСТЕНИЯХ И КОРМАХ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ (4 часа)

Значение анализа. Кальций влияет на функционирование центральной и периферической нервной системы, регулирует проницаемость мембран нейронов, необходим для формирования скелета, скорлупы яиц, образования молока.

В фитомассе бобовых трав кальция обычно больше, чем в злаках, а в вегетативных органах больше, чем в репродуктивных.

По содержанию кальция корма оценивают следующим образом: 1,01–1,15 % (в расчете на сухое вещество) +7 баллов; 0,8–1,0 % +3 балла; 0,79–0,49 % 0 баллов; 0,48–0,26 % –3 балла; менее 0,35 % –8 баллов.

Большое значение имеет соотношение элементов питания в растениях. Так, отношение калия к сумме кальция и магния не должно превышать коэффициента 2,2. Растениеводческая продукция с повышенным содержанием калия неблагоприятно влияет на углеводный обмен животных и человека и вызывает заболевание костной системы в связи с недостатком кальция и магния.

Сущность метода. Атомно-абсорбционный метод выгодно отличается от традиционных аналитических методов универсальностью, простотой выполнения анализа и высокой производительностью. Он обеспечивает предел обнаружения многих элементов порядка 0,1–0,01 мкг/см³ и ниже. В настоящее время этим методом можно определить более 70 химических элементов в разных объектах.

Атомно-абсорбционный спектральный анализ основан на использовании способности свободных атомов определяемых элементов се-

лективно поглощать резонансное излучение определенной для каждого элемента длины волны. Для измерения поглощения анализируемый раствор в виде аэрозоля вводят в пламя горелки, где происходит испарение растворителя, плавление и испарение пробы, термическая диссоциация молекул и образование свободных атомов. Большинство образующихся при этом атомов находится в нормальном, невозбужденном состоянии. Они могут поглощать излучение внешнего стандартного источника света, если энергия кванта соответствует энергии перехода атома с нижнего энергетического состояния на более высокий уровень. В качестве источника излучения чаще всего служит лампа с полым катодом из одного или нескольких определяемых элементов.

Световой поток от лампы пропускают через пламя горелки и монохроматор. Далее измеряют поглощение света атомами исследуемого элемента. Выходящий световой поток регистрируют фотоэлектрическим детектором. Сигнал с детектора усиливается с помощью усилителя, регистрируется гальванометром или ленточным самописцем. Метод применим для анализа зольного раствора элементов в воздушно-ацетиленовом пламени. Влияние мешающих элементов устраняют добавлением в анализируемые растворы солей стронция.

Сухое озоление и приготовление испытуемого раствора. Навеску воздушно-сухого образца корма массой 2,5 г берут с погрешностью не более 0,01 г и помещают в фарфоровый тигель. Во избежание потерь с выделяющимися при сжигании газами и обеспечения притока кислорода к пробе навеску укладывают рыхло (объем не должен превышать половины тигля).

Тигель с навеской помещают в холодный муфель, который, не закрывая полностью дверцу, нагревают до появления дыма, после чего печь отключают до полного прекращения его выделения. Если при вторичном включении сжигаемый материал продолжает дымиться, муфель снова отключают. При таком режиме озоления температура в муфеле не поднимается выше 473–523 °К, а постепенное нагревание обеспечивает спокойное сжигание без потерь.

После полного прекращения выделения дыма озоление ведут 6–8 ч при температуре 723 °К. Отсутствие частичек угля и равномерный цвет золы указывают на полное озоление материала.

Если в золе, несмотря на длительное сжигание, остаются обугленные частицы, то охлажденную золу смачивают несколькими каплями воды, приливают 1 см³ концентрированной азотной кислоты, выпаривают досуха на песчаной бане и дожигают в муфеле.

Золу после сухого озоления смачивают несколькими каплями би-дистиллированной воды, приливают 2 см³ 20%-ной соляной кислоты и ставят на песчаную баню до полного выпаривания. Сухой осадок растворяют в 1 см³ 20%-ной соляной кислоты.

Солянокислый раствор золы переносят через воронку с беззольным фильтром в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доводят до метки.

Проведение анализа. В химические стаканы вместимостью 100 см³ помещают по 5 см³ раствора золы, приливают дозатором по 45 см³ рабочего раствора хлористого стронция (для устранения влияния мешающих элементов) и перемешивают. Полученные растворы вводят в пламя горелки атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют оптическую плотность. Содержание кальция и магния в анализируемых пробах находят по градуировочному графику. Из полученных результатов вычитают результат холостого опыта, проведенного через все стадии анализа, кроме взятия навески корма. Если содержание кальция и магния слишком велико и выходит за пределы графика, определение повторяют, предварительно разбавив раствор золы 0,06 н. раствором НС1. Найденное затем по графику содержание элемента увеличивают во столько раз, во сколько раз был разбавлен раствор золы.

Содержание кальция и магния в анализируемом материале (x, %) рассчитывают по формуле

$$x = \frac{100(a - \epsilon)}{n},$$

где a – содержание кальция или магния в 100 см³ анализируемого раствора, найденное по графику, мг;

ϵ – содержание кальция или магния в 100 см³ холостого раствора, найденное по графику, мг;

n – навеска корма, мг;

100 – коэффициент для перевода в проценты.

За результат анализа принимается среднее значение из двух определений. Допустимое расхождение между двумя параллельными определениями 10 %.

Приготовление шкалы стандартных растворов. Построение градуировочного графика. В мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят объемы стандартных растворов кальция и магния, указанные в табл. 9, и доводят объемы растворов до меток 0,06 н. раствором НС1. В день проведения анализов из стандартных растворов шкалы отбирают

пробы по 5 см³ в стаканы вместимостью 100 см³, приливают по 45 см³ рабочего раствора хлористого стронция, содержащего 5,5 мг/см³ стронция, и перемешивают.

Таблица 9. Стандартные растворы для кальция и магния

№ колбы	Объемы запасных стандартных растворов, см ³		Содержание в стандартных растворах шкалы, мг/100 см ³	
	Ca	Mg	Ca	Mg
1	0	0	0	0,0
2	5	1	1	0,2
3	10	2	2	0,4
4	20	4	4	0,8
5	30	6	6	1,2
6	40	8	8	1,6
7	50	10	10	2,0

Полученные растворы вводят в пламя горелки атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют оптическую плотность. Настройку прибора периодически проверяют по образцовым растворам. Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание элемента в стандартных растворах шкалы (мг/100 см³), а по оси ординат – значение оптической плотности.

Реактивы и растворы: 1) 20%-ный раствор соляной кислоты: 496,6 см³ концентрированной соляной кислоты (плотность 1,19 г/см³) разбавляют дистиллированной водой до 1 дм³;

2) 0,06 н. раствор соляной кислоты: 4,9 см³ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ разбавляют дистиллированной водой до 1 дм³;

3) стандартный раствор кальция: 0,4994 г углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре 378 °К, растворяют в 12,5 см³ 20%-ного раствора HCl и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм³. Приготовленный раствор содержит 0,2 мг/см³ кальция;

4) стандартный раствор магния: 0,3316 г окиси магния, предварительно доведенной до постоянной массы прокаливанием в муфеле при температуре 773 °К, растворяют в 16 см³ 20%-ного раствора HCl и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм³. Приготовленный раствор содержит 0,2 мг/см³ магния;

5) стандартный раствор хлористого стронция: в 600 см³ дистиллированной воды растворяют 60,81 г 6-водного хлористого стронция, приливают 164 см³ концентрированной соляной кислоты и доводят объем

раствора дистиллированной водой до 1 дм³. Приготовленный раствор, содержащий 20 мг/см³ стронция, хранят в склянке из химически устойчивого стекла. Для получения рабочего раствора смешивают 1250 см³ стандартного раствора хлористого стронция с 3250 см³ дистиллированной воды. Приготовленный раствор содержит 5,5 мг/см³ стронция.

Работа 13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ В РАСТЕНИЯХ И КОРМАХ ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ (4 часа)

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

О значении анализа изложено в работе 12.

Приготовление испытуемого раствора. Сухое озоление проводят так же, как и при определении кальция и магния атомно-абсорбционным методом.

К полученной золе добавляют 2–3 капли воды, 1 см³ 20%-ного раствора HCl и переносят раствор без фильтрования в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки.

Проведение анализа. Отбирают пипеткой из стандартных растворов шкалы и исходных растворов золы по 5 см³ в химические стаканы вместимостью 100 см³, приливают 45 см³ рабочего раствора хлористого стронция и перемешивают. Установку прибора проводят по нулевому раствору шкалы. Полученные растворы вводят в воздушно-пропановое пламя и записывают показания шкалы прибора.

По окончании фотометрирования строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс концентрацию кальция, мг/100 см³ раствора, а по оси ординат – показания гальванометра. Концентрацию кальция в анализируемых растворах находят по градуировочному графику. Содержание кальция (x, %) рассчитывают по формуле

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

где a – содержание кальция, найденное по градуировочному графику, мг;

n – навеска, мг;

100 – коэффициент для перевода в проценты.

За результат принимается среднее из двух определений. Допустимые расхождения между параллельными определениями 10 %.

Если содержание кальция в анализируемом растворе выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, разбавив предварительно исходный раствор золы в 10 раз слабой соляной кислотой (1:100). Затем проводят анализ так же, как и без разбавления. Найденное по градуировочному графику содержание кальция увеличивают в 10 раз (величина разбавления), переходя к исходному раствору золы. Далее пользуются приведенной выше формулой расчета содержания кальция.

Реактивы и растворы: разбавленный 1:1 раствор соляной кислоты; запасной раствор хлористого стронция: берут навеску массой 61 г $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, взвешенную на электронных весах, и растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³. Готовый раствор содержит 20 мг/см³ стронция и используется при работе на пламенных фотометрах со светофильтрами на воздушно-пропановой смеси газов; рабочий раствор хлористого стронция готовят из запасного раствора разбавлением последнего в 10 раз; запасной стандартный раствор кальция: углекислый кальций высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре 200 °С. На аналитических весах отвешивают на часовом стекле 2,497 г соли и растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³, добавляя туда 20 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты. Раствор содержит 1 мг/см³ кальция; шкала стандартных растворов: в мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают пипетками или бюреткой объемы запасного стандартного раствора, указанные в табл. 10, и доводят до метки.

Таблица 10. Приготовление стандартных растворов кальция

№ колбы	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Объем запасного стандартного раствора, см ³	0	2	5	10	20	40	60	80	100
Содержание кальция, мг/100 см ³	0	2	5	10	20	40	60	80	100

ЛИТЕРАТУРА

1. Зоотехнический анализ кормов / Е. А. Петухова [и др.]. – М.: Агропромиздат, 1985. – 351 с.
2. Практикум по агрохимии / В. Г. Минеев [и др.]; под ред. В. Г. Минеева. – М.: Изд-во МГУ, 2001. – 689 с.
3. Библиографическая запись. Библиографическое описание. ГОСТ 7.1–2003. – Минск: Ком. по стандартизации, метрологии и сертификации при Совете Министров Респ. Беларусь, 2004. – 81 с.
4. Справочник агрохимика / В. В. Лапа [и др.]; под ред. В. В. Лапа. – Минск: Белорус. наука, 2007. – 389 с.
5. Агрохимия. Практикум: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений по агрономич. спец. / И. Р. Вильдфлуш [и др.]; под ред. И. Р. Вильдфлуша, С. П. Кукреша. – Минск: ИВЦ Минфина, 2010. – 368 с.
6. Практикум по агрохимии: учеб. пособие / Б. А. Ягодин [и др.]; под ред. Б. А. Ягодина. – М.: Агропромиздат, 1998. – 513 с.
7. Удобрение и качество урожая сельскохозяйственных культур: монография / И. Р. Вильдфлуш [и др.]. – Минск: Технопринт, 2005. – 276 с.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	3
Работа 1. Отбор и подготовка растительных образцов к анализу. Определение сухого вещества, влаги и сырой золы в растительном материале.....	3
Работа 2. Определение азота, фосфора и калия из одной навески растительного материала.....	10
Работа 3. Определение аммонийного азота на приборе Сереньева (ПС-5).....	19
Работа 4. Определение азота с помощью прибора ВИУА.....	24
Работа 5. Ионметрический экспресс-метод определения нитратного азота в растениях и кормах.....	25
Работа 6. Определение аминокислотного состава растительных образцов.....	29
Работа 7. Определение сырого жира в растениях и кормах.....	31
Работа 8. Определение сырой клетчатки по Геннебергу и Штоману (модификация с 5-минутным отсасыванием).....	34
Работа 9. Определение каротина в кормах по Цирелю.....	36
Работа 10. Определение крахмала в растениях.....	39
Работа 11. Определение аскорбиновой кислоты (витамина С).....	41
Работа 12. Определение кальция и магния в растениях и кормах методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии.....	44
Работа 13. Определение кальция в растениях и кормах пламенно-фотометрическим методом.....	48
Литература.....	50

Учебное издание

Вильдфлуш Игорь Робертович
Шекунова София Федоровна
Мишура Ольга Игоревна и др.

АГРОХИМИЯ

АНАЛИЗ РАСТЕНИЙ И КОРМОВ

Методические указания по выполнению лабораторных работ

Редактор *Н. Н. Пьянусова*
Технический редактор *Н. Л. Якубовская*
Корректор *А. М. Павлова*

Подписано в печать 07.12.2015. Формат 60×84 ¹/₁₆. Бумага офсетная.
Ризография. Гарнитура «Таймс». Усл. печ. л. 3,02. Уч.-изд. л. 2,68.
Тираж 75 экз. Заказ .

УО «Белорусская государственная сельскохозяйственная академия».
Свидетельство о ГРИИРПИ № 1/52 от 09.10.2013.
Ул. Мичурина, 13, 213407, г. Горки.

Отпечатано в УО «Белорусская государственная сельскохозяйственная академия».
Ул. Мичурина, 5, 213407, г. Горки.