

Министерство образования Республики Беларусь  
УО «Полесский государственный университет»

**И.В. БУБЫРЬ,  
Т.В. КОЗЛОВА,  
А.И. КОЗЛОВ**

## **МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ КОРМОВ**

Методические указания к лабораторным занятиям  
по дисциплине «Корма и технология кормления рыб»  
для студентов  
специальности 1-74 03 03 «Промышленное рыбоводство»,  
специализации 1-74 03 03 02 «Технология переработки  
рыбной продукции»

Пинск  
ПолесГУ  
2014

УДК 636.085(072)  
ББК 42.2я73  
Б90

Р е ц е н з е н т ы:

кандидат сельскохозяйственных наук И.В. Ковалева;  
кандидат сельскохозяйственных наук В.О. Лемешевский

У т в е р ж д е н о

научно-методическим советом ПолесГУ

**Бубырь, И.В.**

Б90 Методы исследования кормов : Методические указания / И.В. Бубырь, Т.В. Козлова, А.И. Козлов. – Пинск : ПолесГУ, 2014. – 52 с.

ISBN 978-985-516-337-5

В методических рекомендациях содержится подробная информация для подготовки студентов, обучающихся по направлению образования «Промышленное рыбоводство»; изложены методические указания для проведения лабораторных занятий по дисциплине «Корма и технология кормления рыб»; для каждой темы определена цель, указаны необходимые материалы и оборудование, указан ход работы.

Изучение учебного курса «Корма и технология кормления рыб» направлено на формирование у студентов четких представлений о роли основных питательных веществ кормов в жизнедеятельности рыб, о потребности в них различных видов, способах оценки питательности кормов, методах контроля над полноценностью кормления рыб.

УДК 636.085(072)  
ББК 42.2я73

ISBN 978-985-516-337-5

© УО «Полесский государственный университет», 2014

## СОДЕРЖАНИЕ

Термины и определения .....	4
Введение .....	6
1 Общие понятия о потребности рыбы в кормах и питательных веществах .....	7
2 Метод отбора проб .....	11
2.1 Отбор точечных проб .....	11
2.2 Составление объединенной пробы .....	13
2.3 Выделение средней пробы .....	14
3 Методы определения влаги в комбикормах и комбикормовом сырье .....	15
3.1 Метод определения влаги высушиванием навески при 130 °С .....	15
3.2 Метод определения влаги высушиванием навески до постоянной массы при 100–105 °С .....	16
4 Титриметрический метод определения азота по Кьельдалю .....	19
5 Метод определения цистина и метионина .....	27
6 Методы определения содержания сырого жира .....	31
6.1 Определение сырого жира по массе извлеченного сырого жира .....	31
6.2 Определение сырого жира по обезжиренному остатку .....	36
6.3 Определение сырого жира по обезжиренному остатку в аппарате ЭЖ-101 .....	38
6.4 Определение сырого жира по массе извлеченного сырого жира после предварительного гидролиза ...	40
7 Метод определения сырой клетчатки .....	43
Заключение .....	49
Список использованных источников .....	51

## ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

**Объекты ветнадзора** – животные, продукция и сырье животного происхождения (молоко, мясо, субпродукты, яйца, рыба, мед и др.), а также продукты их переработки; корма и кормовые добавки растительного, животного, биологического, минерального происхождения, а также сырье для их производства; вода открытых водоемов, скважин и других источников, используемых для поения животных, разведения и выращивания рыб и нерыбных объектов.

**Отбор проб** – процедура по выделению или составлению пробы, используемая при принятии решения о соответствии продукции установленным требованиям, включающая не основанный на статистике случайный – эмпирический или точечный – отбор проб.

**Партия** – количество однородной продукции, изготовленной одним производителем в одинаковых условиях, оформленное одним сопроводительным документом и доставленное одновременно.

**Точечная проба** – проба, взятая единовременно за один прием из одного места партии.

**Объединенная проба** – проба, состоящая из нескольких (но не менее двух) точечных проб.

**Представительная проба** (выборка) – проба, полученная из объединенной пробы в количестве, пропорциональном размеру контролируемой партии, и достаточно приближенно характеризующая свойства контролируемого объекта.

**Средняя проба** – часть объединенной (представительной) пробы, выделенная для определения содержания отдельных показателей качества и безопасности продукции или предназначенная для проведения исследований – формирования лабораторной (проба А) и контрольной (проба Б) проб.

**Лабораторная проба** (конечная проба или репрезентативная часть конечной пробы) – часть средней пробы, предназначенная для формирования тестового образца (образцов), направляемого на исследования (доставленного в лабораторию), определённая нормативными документами с целью

подтверждения соответствия контролируемого объекта установленным требованиям.

**Контрольная проба** – часть средней пробы, хранящаяся в лаборатории, которая проводит исследования, или у владельца продукции, и предназначенная для повторного или арбитражного исследования при классифицировании партии, как не соответствующей НТД, или при возникновении споров по результатам проведенных исследований.

**Выборка** – совокупность единиц продукции, отобранной для контроля из партии.

**Объем выборки** – число единиц транспортной и потребительской тары с продукцией, составляющей выборку.

**Упаковка** – средство или комплекс средств, содержащих защиту продукции от повреждений и потерь, от загрязнения окружающей среды, а также обеспечивающих процесс обращения продукции. Под процессом обращения понимают транспортирование, хранение и реализацию продукции.

**Тара** – элемент упаковки для размещения продукции (ящик, бочка, цистерна и др.).

**Транспортная тара** – упаковка для размещения продукции, образующая самостоятельную транспортную единицу (контейнер, мешок, коробка, и др.).

**Потребительская тара** – тара, поступающая к потребителю с продукцией и не представляющая собой самостоятельную транспортную единицу (бутылка, банка, пакет, стаканчик, брикет и др.).

**Упаковочная единица** – изделие, создаваемое в результате соединения упаковываемой продукции с упаковкой.

**Нормативные документы** – технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (государственные стандарты Республики Беларусь, технические регламенты и др.), технические нормативные правовые акты (ветеринарно-санитарные правила и нормы, санитарные правила, нормы и гигиенические нормативы и др.), устанавливающие нормы, правила, методы, в том числе по отбору, упаковке, доставке и хранению проб.

## ВВЕДЕНИЕ

Аквакультура относится к наиболее динамично развивающимся направлениям производства продовольствия.

Все формы рыбоводства (прудовое, садковое, бассейновое) в совокупности дают около трети потребляемой продукции гидробионтов. Любая форма рыбоводства требует применения кормов; различия заключаются лишь в их количественных и качественных характеристиках. Развитие интенсивных форм аквакультуры требует от будущих специалистов более подробных и систематизированных знаний о питании рыб, различающихся экологией и характером питания, а также знаний о питательных свойствах сырья, из которого готовится комбикорма.

Изучение учебного курса «Корма и технология кормления рыбы» направлено на формирование у студентов четких представлений о роли основных питательных веществ кормов в жизнедеятельности рыб, о потребности в них различных видов, способах оценки питательности кормов, методах контроля над полноценностью кормления рыб. В данном учебном пособии рассматриваются основные методы определения питательных веществ в комбикормах и комбикормовом сырье, приводятся методики расчета влаги, азота, цистина и метионина, сырого протеина, жира, клетчатки как в испытуемом образце, так и в его сухом веществе.

Освоение методики расчета питательных веществ в комбикормах и комбикормовом сырье является той базой, на основе которой выстраивается весь технологический процесс выращивания гидробионтов, что способствует формированию у студентов навыков по технике кормления и технологии приготовления кормов для различных видов гидробионтов, в том числе по изучению питательных свойств и перевариваемости комбикормов и их отдельных компонентов.

С целью более глубокого понимания и освоения дисциплины в пособии представлены методы отбора проб в сырье, комбикормах и определение их качества.

## **1. ОБЩИЕ ПОНЯТИЯ О ПОТРЕБНОСТИ РЫБЫ В КОРМАХ И ПИТАТЕЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВАХ**

Для нормального роста и развития рыбам требуется определенный набор питательных веществ, включающий белки, углеводы, липиды, минеральные вещества, витамины. Эти вещества организм рыб использует на поддержание обмена веществ и построение новых тканей.

Первые три группы веществ при своих превращениях выделяют энергию, необходимую для процессов синтеза и распада, деятельности всех систем организма и движения.

Потребности рыб в питательных веществах обусловлены генетически заданным уровнем обмена и роста. Они подвержены изменениям в зависимости от биотических (вида, возраста, массы, физиологического состояния, здоровья и др.) и абиотических (температуры, газового и гидрохимического режимов, проточности воды и т.д.) факторов.

Эталонном составе корма в питательных веществах для выращивания рыбы является естественная пища: бактериопланктон, фитозоопланктон, зообентос, при потреблении которых отдельно или в совокупности накапливается максимальная масса рыбы, создаются физиологически нормальные ее показатели.

При определении потребностей рыб в естественной пище и комбикормах необходимо определять такие показатели как: состав, содержание питательных веществ в них; количество скормленного корма, которое определяется взвешиванием заданного корма, и его остатков за период проведения выращивания; анализ питательных веществ – как в опытах, так и на производстве; сравнительная оценка, физиолого-биохимическое состояние и прирост массы рыбы на протяжении всего периода, особенно в конце выращивания, и возникающие признаки внешних и внутренних изменений органов; заболевания и другое от недостатка или избытка питательных веществ; результаты анализов, требуемые при определении потребности рыбы в питательных веществах.

К ним относятся исследования кормов, крови, мяса и других показателей.

Потребности в питательных веществах корма при выращивании рыбы рассматриваются каждая в отдельности для протеина, аминокислот, жира, углеводов, энергии, минеральных элементов, витаминов, по видам рыб и их возрасту, а также в сочетании с естественной пищей.

Потребность рыб в элементах питания выражают либо в процентах от массы рыб в сутки, либо в процентах к сухому веществу корма (белкам, липидам).

Рыбы, как объект разведения, неодинаковы по типу и характеру питания. Среди них встречаются хищные и мирные, животнойдные, растительнойдные и всеядные, планктоно- и бентосоядные.

В связи с этим рецептура комбикормов для различных видов и возрастов рыб предполагает вариабельность качественного состава и количественного сочетания сырьевых источников.

Под комбикормом понимается смесь двух и более компонентов, подобранных по заданному рецепту и обработанных по соответствующей технологии.

Комбикорма должны быть сбалансированными, т.е. содержать все необходимые питательные вещества в нужном количестве и оптимальном сочетании, и обеспечивать реализацию потенциальных способностей организма рыб к росту, нормальному развитию и хорошему физиологическому состоянию.

К главным составляющим комбикорма для рыб, как и для других животных, относятся:

1. Протеин и незаменимые аминокислоты.
2. Жир и незаменимые жирные кислоты.
3. Углеводы.
4. Витамины.
5. Минеральные вещества.
6. Энергия.

Протеин является пластическим материалом, который идет на построение тканей тела рыб. В питании рыб он явля-



ется незаменимым веществом и входит в состав ферментов, без которых не может осуществляться обмен веществ в организме. Потребность протеина у рыб определяется количеством отложенного или разрушенного азота в организме, который пополняется за счет кормов с разным содержанием протеина.

Основная балансировка рецептов комбикормов ведется по белку. Компоненты с учетом норм и ограничений их ввода подбираются по содержанию сырого протеина в пределах диапазона оптимальных или заданных доз для каждого вида и возраста рыб. В связи с расширением и постоянным пополнением данных о роли и потребностях рыб в аминокислотах основное значение придается балансированию состава незаменимых аминокислот.

Жир в организме используется как источник энергии и как вещество, в котором содержатся витамины А, Д и Е. В жирах содержатся насыщенные и ненасыщенные кислоты, которые необходимы рыбе для процесса нормального обмена веществ. В процессе хранения комбикормов жир может окисляться и становиться токсичным для рыб за счет увеличения перекисного и кислотного чисел. Продукты окисления жира в кормах вызывают разрушение витаминов и действуют как канцерогенные вещества.

Из-за особенностей пищеварительной системы углеводы у рыб используются неэффективно. При их избытке или несбалансированности питательных веществ и витаминов в кормах наблюдается ожирение печени у рыб, отрицательно влияющее на их рост и сказывающееся на затратах кормов.

Недостаточное или избыточное содержание минеральных веществ и витаминов в организме рыб может приводить к развитию патологических изменений в органах и тканях, снижению скорости роста и развития.

Установлено, что недостаточное поступление с кормами минеральных солей вызывает снижение пищевой активности, провоцирует развитие остеодистрофии, которая выражается в редукции жаберных крышек, искривлении позвоночника, недоразвитии верхних остистых отростков и ребер.

Недостаток витаминов в кормах при длительном выращивании рыбы в условиях высокой плотности посадки в прудах, и особенно в садках и бассейнах, вызывает у рыб авитаминоз. Происходит нарушение обменных процессов в организме рыб, задерживается синтез ферментов, нарушается усвоение пищи, в результате чего развиваются заболевания рыб, повышаются затраты кормов на прирост, наблюдается даже остановка роста. Предупредить начало авитаминоза можно, обогащая корма витаминами.

Таким образом, для успешного, экономически эффективного производства рыбы инженер-технолог должен знать основы кормления рыб, начиная с особенностей строения их пищеварительного тракта и пищеварения, потребностей в питательных веществах; быть вооруженным знаниями о составе и питательности различных кормов, эффективности их использования в рыбоводстве, а также усвоить нормы кормления разновозрастных групп выращиваемых рыб.

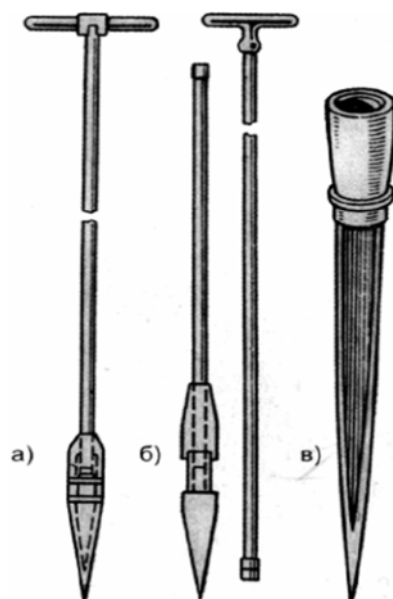
## 2. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Данный метод распространяется на комбикорма, белково-витаминные добавки (БВД), премиксы, карбамидный концентрат и сырьё, используемое при их производстве: кормовые дрожжи, сушеный свекловичный жом, водорослевую кормовую муку и крупку, ракушечную кормовую крупку, травяную муку, витаминную муку из древесной зелени, поваренную соль, кормовую муку из виноградной выжимки, сухие кукурузные корма, муку рыбную и из морских млекопитающих и ракообразных.

### 2.1 Отбор точечных проб

Точечные пробы рассыпных и гранулированных продуктов, поставляемых автотранспортом, отбирают щупом с укороченной ручкой и широким конусом из пяти различных мест по всей глубине насыпи, отступая 0,5 м от бортов, и из середины.

В зависимости от назначения щупы различают: автомобильные (вагонные), складские (амбарные) и мешочные (Рис. 2.1.1).



**Рис. 2.1.1 – Щупы:**

- а) автомобильный (вагонный) щуп ЩВ-1 – конусного типа;
- б) складской (амбарный) ЩА;
- в) мешочный ЩМ – цилиндрического типа

<b>Технические характеристики:</b>	<b>ЩВ – 1</b>	<b>ЩА</b>	<b>ЩМ</b>
Объем продукта, забираемого щупом, см <sup>3</sup>	115	165	15
Длина щупа, мм	1 044	2 820	310
Длина рабочей части (заборника), мм	140	180	250
Диаметр щупа, мм	60	40	13
Масса, кг	1,63	4,6	0,22

Щупы складские изготавливаются в виде навинчивающихся штанг. Щупы всех типов вводят в корма или продукты закрытыми. На нужной глубине их открывают, и они наполняются продуктом.

Конусный щуп закрывается и открывается при помощи стержня, проходящего внутри полой штанги, а цилиндрический – поворачиванием внутреннего цилиндра щупа. Щупы с навинчивающимися штангами закрываются свободным перемещением конуса на конце штанги: при надавливании (во время ввода в насыпь) конус, прижимаясь к нижней части штанги, закрывается.

Точечные пробы рассыпных и гранулированных продуктов, транспортируемых специализированным автотранспортом и железнодорожными вагонами, отбирают при их разгрузке путем пересечения падающей струи через равные промежутки времени. Время отбора точечных проб устанавливают в зависимости от скорости перемещения продукта, но с таким расчетом, чтобы общая масса объединенной пробы от партии составила для муки животного происхождения и рыбной муки не менее 2 кг, для остальных продуктов – не менее 4 кг.

Точечные пробы рассыпных продуктов, хранящихся на складах, отбирают вагонным щупом при высоте насыпи до 1,5 м, а при высоте насыпи свыше 1,5 м применяют щуп с навинчивающимися штангами.

Перед отбором проб поверхность насыпи разделяют на шесть условно равных секций. В каждой секции точечные пробы отбирают из пяти различных мест по схеме конверта: при высоте насыпи до 0,75 м из двух слоев: из верхнего слоя

на глубине 10–15 см от поверхности насыпи и нижнего слоя у самого пола; при высоте насыпи свыше 0,75 м из трех слоев: из верхнего на глубине 10–15 см от поверхности насыпи, среднего и нижнего – у самого пола. Во всех случаях точечные пробы отбирают сначала из верхнего, затем из среднего и, наконец, из нижнего слоя.

Точечные пробы рассыпных продуктов, упакованных в тканевые мешки, отбирают мешочным щупом из верхней и нижней частей мешка. Перед введением щупа в мешок выбранное место должно быть очищено мягкой щеткой. Щуп вводят желобком вниз, затем поворачивают на 180° и вынимают. Отверстие в ткани мешка затягивают при помощи щупа. Точечные пробы рассыпных продуктов, упакованных в бумажные или тканевые мешки с полиэтиленовым вкладышем, а также точечные пробы гранулированных продуктов отбирают из предварительно расшитых мешков.

Из расшитых мешков точечные пробы рассыпных продуктов отбирают щупом с укороченной ручкой и широким конусом в трех местах: вверху, в середине и в нижней части мешка, а точечные пробы гранулированных продуктов отбирают ковшом из верхней части расшитых мешков.

## **2.2 Составление объединенной пробы**

Для составления объединенной пробы отобранные точечные пробы продукта помещают в чистую тару и перемешивают. В тару вкладывают этикетку с указанием наименования продукта, рецепта, массы партии, а для упакованного продукта – количество мешков в партии, даты и места отбора точечных проб, наименования предприятия-изготовителя и номер транспортного документа.

## 2.3 Выделение средней пробы

Среднюю пробу рассыпного и гранулированного продукта выделяют из объединенной пробы с помощью делителя ДЗК-1 или вручную путем квартования.

Для выделения средней пробы объединенную пробу высыпают вручную на деревянный поднос или поднос из органического стекла с гладкой поверхностью и разравнивают в виде квадрата двумя деревянными планками со скошенными ребрами. Затем одновременно с двух противоположных сторон продукт подгребают к середине таким образом, чтобы получился валик. После этого продукт захватывают с концов валика и также подгребают к середине. Перемешивание повторяют три раза, после чего объединенную пробу разравнивают тонким слоем и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Продукт, находящийся в двух противоположных треугольниках удаляют, а в двух оставшихся соединяют вместе и перемешивают. Деление продукта продолжают до тех пор, пока масса оставшейся части (средняя проба) составит: для муки животного происхождения и рыбной муки не менее 1 кг, для остальных продуктов – не менее 2 кг.

Среднюю пробу продукта делят на две равные части. Одну из них используют для анализа, а другую помещают в чистую сухую банку с плотно закрывающейся крышкой. Банку опечатывают или пломбируют и хранят не менее одного месяца на случай разногласий в оценке качества контрольных испытаний. К банке со средней пробой продукта прикрепляют этикетку, на которой должны быть обозначены: наименование продукта, рецепт, наименование предприятия-изготовителя, номер транспортного документа, масса партии, дата отбора пробы и подпись лица, отбиравшего пробу. В лаборатории среднюю пробу регистрируют в специальном журнале и нумеруют. Присвоенный номер проставляют на всех документах, относящихся к данной партии продукта.

### **3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ В КОМБИКОРМАХ И КОМБИКОРМОВОМ СЫРЬЕ**

Сущность методов заключается в определении разности между массой навески до и после высушивания и в последующем вычислении массовой доли убывшей влаги (отношение массы убывшей влаги к массе исследуемого продукта до высушивания, выраженное в процентах).

#### **3.1 Метод определения влаги высушиванием навески при 130 °С**

##### **Приборы и материалы:**

Шкаф сушильный электрический, обеспечивающий создание и поддержание в рабочей зоне температуры высушивания 100–130 °С с погрешностью  $\pm 2$  °С; электроплитка; весы лабораторные 2-го класса точности с допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,001 г и наибольшим пределом взвешивания 200 г; часы сигнальные; лабораторная мельница; ареометр стеклянный; склянка с притертой пробкой; бюксы металлические с крышками диаметром 50 мм и высотой 20 мм или бюксы стеклянные; эксикатор стеклянный; чашка фарфоровая; ступка фарфоровая с пестиком; сито из решетчатого полотна с круглыми отверстиями диаметром 3 мм; щипцы тигельные; совок для проб. Кальций хлористый или серная кислота плотностью 1,84 г / см<sup>3</sup>.

##### **Подготовка исследуемой пробы к испытаниям**

Перед испытаниями на дно чистого и просушенного эксикатора помещают прокаленный хлористый кальций или концентрированную серную кислоту. Из средней пробы исследуемого продукта методом квартования выделяют навеску массой около 30 г, которую просеивают через сито с отверстиями диаметром 3 мм. При наличии на сите остатка измельчают его на лабораторной мельнице (или в ступке) и прибавляют к отсеянной части.

### **Порядок проведения испытаний**

Две пронумерованные открытые бюксы и крышки высушивают в сушильном шкафу в течение 30 мин. при температуре  $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ , охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до второго десятичного знака.

В каждую просушенную и взвешенную бюксу помещают навеску продукта массой  $5,00 \pm 0,05$  г, которую разравнивают по дну бюксы тонким слоем.

Открытые бюксы с навеской исследуемого продукта и крышки от них помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры  $130 \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Высушивание проводят в течение 40 мин. с момента установления температуры  $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

По истечении 40 мин. бюксы вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, быстро закрывают крышками и ставят в заправленный эксикатор для охлаждения до комнатной температуры примерно на 20 мин.

После высушивания и охлаждения бюксы с исследуемым продуктом взвешивают с точностью до второго десятичного знака.

## **3.2 Метод определения влаги высушиванием навески до постоянной массы при $100\text{--}105\text{ }^{\circ}\text{C}$**

### **Порядок проведения испытаний**

Две пронумерованные открытые бюксы и крышки высушивают в сушильном шкафу при температуре  $100\text{--}105\text{ }^{\circ}\text{C}$  до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до третьего десятичного знака.

В каждую просушенную и взвешенную бюксу помещают навеску продукта массой  $5000 \pm 0,005$  г, которую разравнивают по дну бюксы тонким слоем.

Открытые бюксы с навеской исследуемого продукта и крышки от них помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры  $100\text{--}105\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



Высушивание проводят в течение 2 ч с момента установления температуры 100 °С.

По истечении 2 ч бюксы вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, быстро закрывают крышками и ставят в заправленный эксикатор для охлаждения до комнатной температуры (примерно на 20 мин.), после чего их взвешивают с точностью до третьего десятичного знака. Затем высушивание, охлаждение и взвешивание повторяют через каждый час до получения постоянной массы. Постоянную массу считают достигнутой, если уменьшение массы при двух последних взвешиваниях не превышает 0,005 г.

Массовую долю влаги ( $W$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_1 - m}, \quad (3.2.1)$$

где  $m_1$  – масса бюксы с навеской до высушивания, г;

$m_2$  – масса бюксы с навеской после высушивания и охлаждения, г;

$m$  – масса пустой бюксы, г.

За результат определения влаги принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, которые вычисляют до второго десятичного знака и округляют до десятых долей процента.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений и между результатами, полученными в разных условиях, не должны превышать 0,2 и 0,4% соответственно.

Настоящие методы определения влаги распространяются на комбикорма, БВД, премиксы, кормовые дрожжи, жмыхи, шроты, муку кормовую животного происхождения из рыбы, морских млекопитающих, ракообразных и беспозвоночных, из виноградной выжимки, травяную и витаминную муку из древесной зелени, сухие кукурузные корма и кормовой витамин В<sub>12</sub>.

При определении влаги жидких и пастообразных комбикормов, а также комбикормов, состоящих преимущественно из масел и жиров, используют метод высушиванием навески до постоянной массы при 103 °С и высушиванием навески при 80 °С и давлении 13 кПа.

Массовую долю влаги ( $W$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$W = [m_1 - (m_3 - m_2)] \times \frac{100}{m_1}, \quad (3.2.2)$$

где  $m_1$  – масса опытной пробы, г;

$m_2$  – масса бюксы, крышки, песка и стеклянного стержня, г;

$m_3$  – масса бюксы, крышки, песка, стеклянного стержня и высушенной опытной пробы, г.

#### 4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЗОТА ПО КЬЕЛЬДАЛЮ

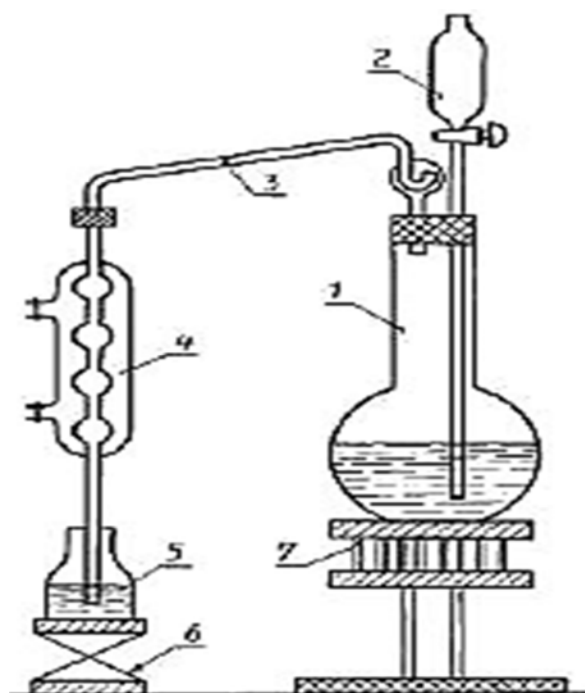
Сущность метода заключается в разложении органического вещества пробы кипящей концентрированной серной кислотой с образованием солей аммония, перевода аммония в аммиак, отгонке его в раствор кислоты, количественном учете аммиака титриметрическим методом и в расчете содержания азота в исследуемом материале.

##### **Приборы и материалы:**

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г; весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г; измельчитель проб; солонорезка; шкаф сушильный электрический (погрешность показателей  $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ); электронагреватели или газовые горелки; лабораторная мельница; аппарат для отгонки аммиака (**Рис 4.1**) или установка типа Кьельдаля (**Рис 4.2**); капельница для индикатора; установка для титрования с бюреткой; сито с отверстиями диаметром 1 мм; ступки фарфоровые с пестиком; колбы Кьельдаля 100, 250 или 500 см<sup>3</sup>; пробирки из термостойкого стекла объемом 50–100 см<sup>3</sup>; воронки стеклянные диаметром 2–3 см; колбы и цилиндры мерные объемом 500 и 1000 см<sup>3</sup>; колба коническая объемом 250 см<sup>3</sup>; пипетки с делениями 1 и 25 см<sup>3</sup>; стакан химический объемом 50 см<sup>3</sup>; стакан фарфоровый объемом 1000 см<sup>3</sup>.

Асбест листовой; вещества, предотвращающие выбрасывание жидкости: кусочки фарфора, стеклянные бусинки, свежeproкаленные кусочки пемзы; кислота серная концентрированная (стандарт-титр серной кислоты 0,05 моль / дм<sup>3</sup> (0,1 н) раствор); калий серноокислый; калий надсерно-кислый; медь серноокислая 5-водная; натрий серноокислый безводный; селен; перекись водорода – водный раствор с массовой долей 30%; кислота борная; натрия гидроокись или водный раствор с массовой долей 33–40%; 0,1 моль / дм<sup>3</sup> раствор гидроокиси натрия; спирт этиловый ректификованный; метиловый крас-

ный; метиловый голубой или бромкрезоловый зеленый; вода дистиллированная.

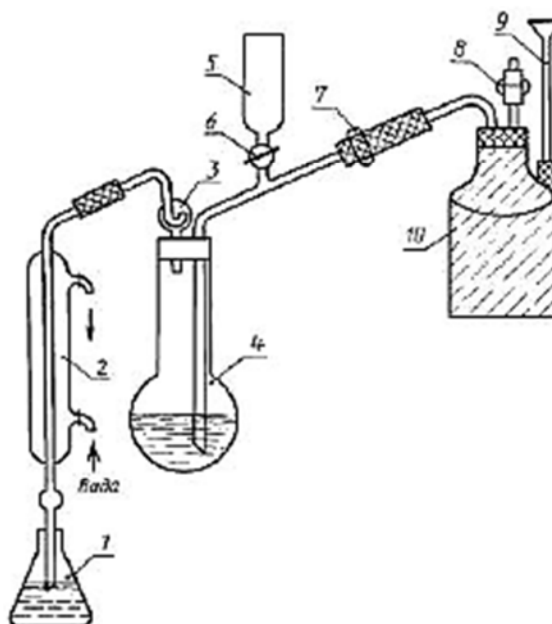


**Рис. 4.1 – Установка типа Кьельдаля:**

- 1 – колба объемом 1000 см<sup>3</sup>;
- 2 – капельная воронка объемом 100 см<sup>3</sup>;
- 3 – каплеуловитель;
- 4 – холодильник;
- 5 – приемная колба объемом 250 см<sup>3</sup>;
- 6 – подъемный столик;
- 7 – колбонагреватель или электроплитка с регулятором температуры, или газовая горелка

**Рис. 4.2 – Аппарат для отгонки аммиака с водяным паром:**

- 1 – приемная колба;
- 2 – холодильник;
- 3 – каплеуловитель;
- 4 – отгонная колба;
- 5,9 – воронки;
- 6,7,8 – краны;
- 10 – парообразователь



## **Подготовка исследуемой пробы к испытаниям**

Среднюю пробу комбикормов и комбикормового сырья размалывают и просеивают, жидкие корма предварительно не готовят.

Готовят смешанные катализаторы.

*Катализатор 1.* Смешивают 10 весовых частей сернокислой меди, 100 весовых частей сернокислого калия и 2 весовые части селена, тщательно растирая в ступке до получения мелкозернистого порошка.

*Катализатор 2.* Смешивают 10 весовых частей сернокислой меди и 100 весовых частей сернокислого калия, тщательно растирают в ступке до получения мелкозернистого порошка.

## **Порядок проведения испытаний**

В длинной сухой пробирке, свободно входящей в горло колбы Кьельдаля, взвешивают 0,7–1 г кормов растительного происхождения, комбикормов, 0,3–0,5 г муки животного происхождения или 0,4–0,5 г дрожжей с погрешностью не более 0,001 г. Вставив пробирку в колбу Кьельдаля до ее дна, высыпают навеску и вновь взвешивают пробирку. По разности между первым и вторым взвешиваниями определяют массу навески, взятой для анализа. Минерализацию осуществляют одним из двух способов:

– добавляют в колбу Кьельдаля 2 г смешанного *Катализатора 1* или 8 г *Катализатора 2*. После прибавления катализатора осторожно приливают 10–12 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты в зависимости от массы навески;

– добавляют в колбу Кьельдаля 10 см<sup>3</sup> водного раствора перекиси водорода с массовой долей 30% в качестве окислителя. После прекращения бурной реакции приливают такое же количество концентрированной серной кислоты. Для ускорения сжигания рекомендуется использовать серную кислоту, содержащую селен.

Содержимое колбы Кьельдаля тщательно перемешивают легкими круговыми движениями, обеспечивая полное смачивание навески. Колбу устанавливают на нагреватель так, чтобы ее ось была наклонена под углом 30–45°

к вертикали, в горло колбы вставляют маленькую стеклянную воронку или втулку для уменьшения улетучивания кислоты во время минерализации. Вначале колбу нагревают умеренно, чтобы предотвратить бурное пенообразование.

При нагревании навеску время от времени помешивают вращательными движениями колбы. После исчезновения пены нагревание усиливают, пока жидкость не будет доведена до постоянного кипения. Нагрев считается нормальным, если пары кислоты конденсируются ближе к середине горла колбы Кьельдаля, избегая перегрева стенок колбы, не соприкасающихся с жидкостью. Если используют открытое пламя, то такой перегрев можно предотвратить, помещая колбу на лист асбеста с отверстием по диаметру несколько меньшим, чем диаметр колбы на уровне жидкости.

После обесцвечивания жидкости (допускается слегка зеленоватый оттенок) нагрев продолжают в течение 30 мин. После охлаждения минерализат количественно переносят в отгонную колбу, три раза ополаскивая колбу Кьельдаля дистиллированной водой объемом 20–30 см<sup>3</sup>. Общий объем раствора в отгонной колбе должен составлять 200–250 см<sup>3</sup>.

Допускается проводить отгонку непосредственно из колбы Кьельдаля. В этом случае для минерализации используют колбу Кьельдаля вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Перед отгонкой аммиака минерализат разбавляют дистиллированной водой объемом 150–200 см<sup>3</sup>.

Затем в приемную колбу наливают 20 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты с массовой концентрацией 4% и пять капель любого из смешанных индикаторов. Колбу подставляют под холодильник так, чтобы его кончик был погружен в раствор борной кислоты на глубину не менее чем на 1 см. Через холодильник пропускают холодную воду.

Отгонную колбу присоединяют к аппарату для отгонки аммиака и через капельную воронку осторожно приливают в колбу с минерализатом раствор гидроксида натрия с массовой долей 33%. Воронку промывают 2–3 раза 10–15 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, оставляя небольшое количество воды в качестве гидрозатвора. Допускается прибавлять рас-

твор гидроокиси натрия до присоединения отгонной колбы к аппарату. В этом случае раствор гидроокиси натрия наливают в отгонную колбу по стенке, стараясь не перемешивать его с минерализатом, и сразу присоединяют к аппарату для отгонки аммиака.

Объем приливаемой гидроокиси натрия зависит от объема серной кислоты, использованной для приготовления минерализата. На каждый кубический сантиметр серной кислоты, оставшейся после окончания процесса минерализации, следует добавлять не менее  $3,5 \text{ см}^3$  раствора гидроокиси натрия массовой долей 33%. Если объем оставшейся серной кислоты трудно установить, объем щелочи рассчитывают, исходя из объема серной кислоты, взятой для минерализации. Допускается предварительная нейтрализация содержимого отгонной колбы раствором гидроокиси натрия с массовой долей 40%, используя любой из индикаторов. Для обеспечения выделения аммиака добавляют дополнительно  $1 \text{ см}^3$  раствора гидроокиси натрия с массовой долей 40%.

Отгонную колбу нагревают с помощью электронагревателя или газовой горелки. Раствор в отгонной колбе нагревают так, чтобы обеспечить равномерное кипение. Допускается проводить отгонку водяным паром. Чтобы исключить выделение аммиака, вода в парообразователе должна быть подкислена серной кислотой до фиолетовой окраски при применении *Индикатора 1* и розовой – при применении *Индикатора 2*.

В начале отгонки аммиака цвет раствора в приемной колбе меняется на зеленый. При нормальном кипении объем раствора в приемной колбе через 20–30 мин. обычно составляет  $150\text{--}200 \text{ см}^3$ . Конец отгонки можно установить с помощью красной лакмусовой бумажки. Для этого приемную колбу отставляют от аппарата, предварительно обмыв конец холодильника дистиллированной водой, и подставляют лакмусовую бумажку под стекающие капли дистиллята. Если лакмус не синее, отгон аммиака закончен. Если лакмус синее, приемную колбу опять подставляют под холодильник и продолжают отгонку. После окончания отгонки приемную

колбу опускают, и конец холодильника обмывают дистиллированной водой в приемную колбу. Оттитровывают аммиак из бюретки раствором серной кислоты  $\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4 = 0,05$  моль /  $\text{дм}^3$  до перехода окраски индикатора от зеленой в фиолетовую при применении *Индикатора 1*, и от зеленой в розовую при применении *Индикатора 2*.

При отгонке аммиака в серную кислоту в приёмную колбу пипеткой наливают  $50 \text{ см}^3$  раствора серной кислоты  $\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4 = 0,05$  моль /  $\text{дм}^3$ . Отгонку ведут аналогично отгонке в борную кислоту. После окончания отгонки содержимое приемной колбы (избыток раствора серной кислоты  $\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4 = 0,05$  моль /  $\text{дм}^3$ ) титруют раствором гидроксида натрия  $\text{NaOH} = 0,1$  моль /  $\text{дм}^3$  до перехода окраски в зеленую.

Одновременно с проведением испытания проводят контрольный опыт на загрязнение воды и реактивов аммиаком, исключая взятие навески корма.

Объем серной кислоты, израсходованный на титрование в контрольном опыте при отгонке в борную кислоту, не должен превышать  $0,5 \text{ см}^3$ . При отгонке в серную кислоту объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, должен быть не менее  $49,5 \text{ см}^3$ . В случае превышения установленных норм выявляют источники загрязнения реактивов аммиаком и устраняют их.

Массовую долю азота ( $X$ ) в испытуемой пробе в процентах при проведении отгонки аммиака в борную кислоту вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_0)K \times 0,0014 \times 100}{m}, \quad (4.1)$$

где  $V_1$  – объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование испытуемого раствора,  $\text{см}^3$ ;

$V_0$  – объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование в контрольном опыте,  $\text{см}^3$ ;

$K$  – поправка к титру раствора серной кислоты  $\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4 = 0,05$  моль /  $\text{дм}^3$ , если он приготовлен не из стандарт-фильтра;



0,0014 – масса азота, эквивалентная массе серной кислоты, содержащейся в  $1\text{ см}^3$  раствора  $^{1/2}\text{H}_2\text{SO}_4 = 0,05$  моль /  $\text{дм}^3$ ;

$m$  – масса навески, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

Массовую долю азота ( $X$ ) в испытуемой пробе в процентах при проведении отгонки аммиака в серную кислоту вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_0 - V_1)K \times 0,0014 \times 100}{m}, \quad (4.2)$$

где  $V_0$  – объем раствора гидроксида натрия  $\text{NaOH} = 0,1$  моль /  $\text{дм}^3$ , израсходованный на титрование серной кислоты  $^{1/2}\text{H}_2\text{SO}_4 = 0,05$  моль /  $\text{дм}^3$  в контрольном опыте,  $\text{см}^3$ ;

$V_1$  – объем раствора гидроксида натрия  $\text{NaOH} = 0,1$  моль /  $\text{дм}^3$ , израсходованный на титрование серной кислоты в испытуемом растворе;

$K$  – поправка к титру раствора гидроксида натрия  $\text{NaOH} = 0,1$  моль /  $\text{дм}^3$ ;

0,0014 – масса азота, эквивалентная массе серной кислоты, содержащейся в  $1\text{ см}^3$  раствора  $^{1/2}\text{H}_2\text{SO}_4 = 0,05$  моль /  $\text{дм}^3$ ;

$m$  – масса навески, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Массовую долю азота в сухом веществе ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{X \times 100}{100 - W}, \quad (4.3)$$

где  $X$  – массовая доля азота в испытуемой пробе;

$W$  – массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

Массовую долю сырого протеина в испытуемой пробе ( $X_2$ ) или в сухом веществе ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2(X_3) = 6,25 X(X_1), \quad (4.4)$$

где 6,25 – коэффициент пересчета общего содержания азота на сырой протеин;

$X$  – массовая доля азота в испытуемой пробе, %;

$X_1$  – массовая доля азота и сухом веществе, %.

Данным методом определяют количество сырого протеина во всех видах кормов, комбикормов и комбикормовом сырье (за исключением комбикормов минерального происхождения, дрожжей кормовых и паприна).

## 5. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИСТИНА И МЕТИОНИНА

Метод основан на окислении цистина и метионина смесью перекиси водорода с муравьиной кислотой до цистеиновой кислоты и метионинсульфона и последующем их разделении на ионообменной хроматографической колонке после гидролиза соляной кислотой концентрации  $\text{HCl} = 6 \text{ моль / дм}^3$ .

### **Приборы и материалы:**

Измельчитель проб растений или соломорезка; сушилка проб кормов СК-2 или шкаф сушильный (погрешность измерений не более  $\pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ ); шкаф сушильный типа СЭШ-3М или аналогичный с рабочей температурой  $110 \text{ }^\circ\text{C}$ , максимальным перепадом температуры  $2 \text{ }^\circ\text{C}$  и периодическим колебанием температур в рабочей зоне не более  $0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ ; мельница лабораторная; сито с круглыми отверстиями диаметром 1 мм; весы лабораторные 2-го и 3-го классов точности с пределом взвешивания 200 г и 500 г; автоклав; термоблок многопозиционный для гидролиза кормов ТМ-1; автоанализатор аминокислот; устройство для выпариваний гидролизатов УВГ-1 или баня водяная; рН-метр; дозатор стеклянный вместимостью  $10 \text{ см}^3$ ; ампулы стеклянные с перетяжкой вместимостью  $20 \text{ см}^3$ ; колбы мерные вместимостью 50, 100,  $1000 \text{ см}^3$ ; пробирки стеклянные вместимостью  $20 \text{ см}^3$ ; пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5,  $10 \text{ см}^3$ ; воронки стеклянные диаметром 2–3 см; чашки фарфоровые; бюксы стеклянные диаметром не менее 5 см; палочки стеклянные оплавленные.

Набор реактивов к автоанализатору; стандартные растворы аминокислот; кислота соляная концентрированная; натрий лимоннокислый трехзамещенный; фенол; натрия гидроокись, раствор с массовой долей 50%; кислота муравьиная; перекись водорода; вода дистиллированная двойного перегонки; фильтры беззольные с синей полосой.

### **Подготовка исследуемой пробы к испытаниям**

Средние пробы комбикормов, зерна, жмыхов, шротов, гранул травяной муки или витаминной муки из древесной зелени размалывают без предварительного подсушивания и просеивают через сито. Корма с содержанием жира более 10% предварительно обезжиривают. Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой таре с крышкой в сухом темном месте не более двух лет.

Окислительную смесь готовят смешиванием перекиси водорода и муравьиной кислоты в соотношении 1 : 9; её готовят в день проведения испытания.

#### *Приготовление буферного раствора $2,20 \pm 0,02$ ед. рН*

В 200–300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды растворяют 19,6 г лимоннокислого трехзамещенного натрия, приливают 16,6 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> фенола и доводят объем до 1 дм<sup>3</sup> в мерной колбе дистиллированной водой. Концентрацию водородных ионов контролируют на рН-метре и при необходимости корректируют раствором гидроокиси натрия с массовой долей 50% или концентрированной соляной кислотой.

#### *Приготовление стандартного раствора аминокислот*

Готовят из основного раствора, содержащего 187 мг цистеиновой кислоты и 181 мг метионинсульфона в 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации  $\text{HCl} = 0,1$  моль / дм<sup>3</sup>.

Стандартный раствор аминокислот готовят разведением 25 см<sup>3</sup> основного раствора в 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации  $\text{HCl} = 0,1$  моль / дм<sup>3</sup>. Такой раствор в 1 см<sup>3</sup> содержит 0,47 мг цистеиновой кислоты и 0,45 мг метионинсульфона, что соответствует 2,5 мкмоль каждой кислоты в стандартном растворе, прилагаемом к автоанализаторам. Стандартный раствор хранят в герметично закрытых флаконах в холодильнике в течение нескольких лет.

Рабочий раствор аминокислот готовят разведением стандартного раствора аминокислот в буфере 2,20 ед. рН до концентрации, рекомендуемой для конкретного типа аминокислотного анализатора.

### **Порядок проведения испытаний**

Навеску воздушно-сухого корма массой  $100,0 \pm 0,1$  мг помещают в чашку устройства для выпаривания гидролизатов УВГ-1 (или фарфоровую чашку при выпаривании на водяной бане), приливают  $5 \text{ см}^3$  свежеприготовленной окислительной смеси и выпаривают при постоянном помешивании при температуре  $60^\circ\text{C}$ . Сухой остаток количественно переносят в ампулу термоблока ТМ-1 или в пробирку с перетяжкой, используя  $10 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты концентрации  $\text{HCl} = 0,1 \text{ моль} / \text{дм}^3$ . Ампулу термоблока герметично закрывают тефлоновой крышкой и устанавливают в термоблок для гидролизата при температуре  $110^\circ\text{C}$ . На блоке управления включают тумблер «Перемешивание» и устанавливают время гидролиза – 4 ч.

При гидролизе в термостате ампулу запаивают в пламени газовой горелки в месте перетяжки и помещают в предварительно нагретый до температуры  $110^\circ\text{C}$  сушильный шкаф на 16 ч.

При гидролизе в автоклаве содержимое количественно переносят в пробирки вместимостью  $20 \text{ см}^3$ , закрывают стеклянными колпачками или воронками для предотвращения разбрызгивания кислоты во время гидролиза и устанавливают в автоклав. Гидролиз проводят при температуре  $137^\circ\text{C}$  и давлении  $0,25 \text{ МПа}$  в течение 3 ч.

После завершения гидролиза гидролизаты охлаждают до комнатной температуры, перемешивают и содержимое фильтруют через беззольный фильтр (первую порцию фильтрата для анализа не используют).  $1\text{--}2 \text{ см}^3$  фильтрата выпаривают досуха на УВГ-1 или водяной бане и осадок растворяют в  $10 \text{ см}^3$  буферного раствора 2,20 ед. рН. Раствор гидролизата хранят в течение месяца в холодильнике в герметично закрытых пробирках.

Испытуемый гидролизат пробы вводят автоматически или при помощи шприца в верхнюю часть колонки анализатора аминокислот. Для идентификации аминокислот и их количественного определения на колонку наносят стандартный раствор аминокислот.

Содержание аминокислот рассчитывают по соотношению площадей пиков на хроматограмме соответствующих кислот в стандартном растворе и гидролизатах испытуемых проб.

Массу аминокислоты ( $X$ ) в граммах на 1 кг воздушно-сухого вещества корма вычисляют по формуле:

$$X = \frac{c \times S_1 \times V \times 100}{S_2 - m}, \quad (5.1)$$

где  $c$  – концентрация стандартного рабочего раствора, мг / см<sup>3</sup>;

$S_1$  – интегрируемая величина площади пика аминокислоты испытуемой пробы;

$V$  – объем гидролизата, см<sup>3</sup>;

$S_2$  – интегрируемая величина площади пика аминокислоты стандартного рабочего раствора;

$m$  – масса навески пробы, мг.

Полученный результат корректируют с учетом разведения гидролизата и потери массы навески корма после обезжиривания.

Для пересчета цистеиновой кислоты и метионинсульфона в цистеин и метионин используют переводные коэффициенты 0,710 и 0,021 соответственно.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Массу аминокислоты ( $X_1$ ) в граммах на 1 кг сухого вещества корма вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{X \times 100}{100 - W}, \quad (5.2)$$

где  $X$  – масса аминокислоты в испытуемой пробе воздушно-сухого корма, г / кг;

$W$  – влажность испытуемой пробы, %.

## 6. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЫРОГО ЖИРА

### 6.1 Определение сырого жира по массе извлеченного сырого жира

Сущность метода заключается в экстракции сырого жира из продукта растворителем, последующем удалении растворителя, высушивании и взвешивании извлеченного жира.

Для испытания всех видов кормов в качестве растворителя используют диэтиловый эфир; для испытания кормовой костной муки, мясокостной, рыбной и муки из морских млекопитающих и ракообразных наряду с диэтиловым эфиром допускается использование петролейного эфира. Для испытания хлопковых жмыхов и шротов используют петролейный эфир.

#### **Приборы и материалы:**

Мельница лабораторная; сушилка проб кормов или шкаф сушильный лабораторный (погрешность измерений не более  $\pm 2$  °С); сита с отверстиями диаметром 0,25; 0,5 и 1,0 мм; ножницы; мезгообразователь; ступка фарфоровая с пестиком; весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более  $\pm 0,001$  г; аппарат Сокслета вместимостью экстрактора 150 и 250 см<sup>3</sup> и колбы к нему вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup>; баня водяная с терморегулятором; испаритель ротационный или перегонный аппарат с дефлегматором; стеклянные или пластмассовые балки вместимостью 250–300 см<sup>3</sup> с плотно закрывающимися пробками или крышками; эксикатор; бюксы стеклянные; пипетки градуированные; цилиндр мерный; вата медицинская гигроскопическая; бумага фильтровальная лабораторная марки ФНБ.

Эфир медицинский (диэтиловый); эфир петролейный (фракция 40–70 °С); ацетон или ацетон технический; соляная кислота концентрированная и разбавленная дистиллированной водой 1 : 1; кальций хлористый технический, предвари-

тельно прокаленный при температуре 250–300 °С в течение 2 ч; песок кварцевый; натрий сернокислый безводный или натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный; вода дистиллированная.

### **Подготовка проб**

Из точечных проб анализируемых кормов, отобранных пробоотборником или вручную, составляют объединенную пробу, которую помещают на полиэтиленовую пленку, перемешивают, затем разравнивают тонким слоем и делят по диагонали на четыре треугольника (метод квартования), из которых два противоположных удаляют, а из двух оставшихся образуют среднюю пробу.

Комбикорма, жмыхи, шроты, брикеты, гранулы размельчают на измельчающем устройстве кулачкового или ножевого типа, позволяющем не более чем за 3 цикла продолжительностью 15 с (с отсеиванием после каждого измельчения) обеспечить проход не менее 70% через сито с отверстиями диаметром 0,25 мм для шротов и жмыхов с ожидаемой масличностью не более 10%, а для жмыхов с ожидаемой масличностью выше 10% обеспечить проход не менее 90% частиц через сито с отверстиями диаметром 0,5 мм. Остальное комбикормовое сырье и комбикорма измельчают до прохода через сито с отверстиями диаметром 1,0 мм. Трудноизмельчаемый остаток на сите (лузгу, шелуху и т.д.) доизмельчают ножницами или растирают в ступке и присоединяют к проходу и тщательно перемешивают.

Объединенную пробу муки животного происхождения массой не менее 1,5 кг тщательно перемешивают. Для химического анализа муки из объединенной пробы отбирают 0,5 кг, тщательно перемешивают, высыпают на бумагу и разравнивают тонким слоем. Затем методом квартования выделяют пробу массой около 150 г, размалывают без предварительного подсушивания и просеивают через сито диаметром отверстий 1 мм. Остаток на сите измельчают и добавляют к пробе.

Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с крышкой в сухом месте. Для пересчета ре-



зультатов испытания на абсолютно сухое вещество в подготовленной для испытания пробе определяют содержание влаги по ГОСТ 13496.3; ГОСТ 17681; ГОСТ 27548. Для испытания муки животного происхождения допускается использовать сухую пробу.

### **Приготовление растворов**

#### *Очистка кварцевого песка*

Кварцевый песок сначала промывают водопроводной водой, затем заливают разбавленной (1 : 1) соляной кислотой и оставляют на сутки. После этого песок промывают водопроводной водой до исчезновения кислой реакции на лакмус, а затем дистиллированной водой, и высушивают. Прокаливают, затем просеивают через сито с диаметром отверстий 1 мм.

#### *Приготовление разбавленного раствора*

##### *соляной кислоты*

К одному объему концентрированной соляной кислоты добавляют один объем дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

#### *Приготовление патрона из фильтровальной бумаги*

Для приготовления патрона фильтровальную бумагу и вату предварительно обезжиривают в аппарате Сокслета или в цилиндре с пришлифованной крышкой тем же растворителем, который используют при определении жира.

Перед обезжириванием в аппарате Сокслета фильтровальную бумагу нарезают размером 500 × 110 мм, свертывают в трубку и перевязывают ниткой. Вату также сворачивают в рулон и перевязывают ниткой. Затем помещают в разные экстракторы. В колбу аппарата заливают растворитель не более 2 / 3 объема и присоединяют к холодильнику. Экстракцию проводят 25–30 мин. (5–7 сливов экстрагента из экстрактора).

Для обезжиривания бумаги и ваты в цилиндре лист фильтровальной бумаги свертывают в трубку и помещают в стеклянный (мерный) цилиндр с пришлифованной пробкой так, чтобы вся бумага поместилась в цилиндре, а цилиндр мог быть закрыт пробкой. В цилиндр перед помещением бумаги наливают 100–200 см<sup>3</sup> диэтилового эфира. После того как эфир поднимется по бумаге до ее верхнего края, цилиндр от-

крывают, бумагу вынимают и дают эфиру испариться. Ножницами от верхнего края отрезают полоску шириной 4–5 см, остальную часть бумаги используют для приготовления патронов. Вату обезжиривают также в цилиндре. Обезжиренную вату и бумагу хранят в закрытой посуде.

Обезжиренный прямоугольный лист бумаги наворачивают на деревянную болванку. По мере наворачивания свободный край бумаги подворачивают складками для образования донышка патрона.

Размер патрона и объем аппарата Сокслета выбирают в зависимости от объема пробы. Бумагу и болванку берут таким образом, чтобы стенки патрона получились двойными, а его диаметр был на 0,5 см меньше диаметра экстрактора. На дно патрона кладут кусочек обезжиренной ваты.

#### **Проведение испытания**

В патрон из фильтрованной бумаги отвешивают 5,0–10,0 г (жмыхов и шротов 8,0–10,0 г) испытуемой пробы, в зависимости от ожидаемого содержания жира, с погрешностью не более 0,001 г.

Сверху кладут кусочек обезжиренной ваты. Навеску кормовой рыбной муки и из морских млекопитающих и ракообразных предварительно помещают в фарфоровую ступку, туда же добавляют двойное, тройное по массе количество безводного сернистого (или фосфорнокислого) натрия и смесь хорошо растирают пестиком. Затем обезвоженный продукт переносят в патрон. Ступку протирают ватой, смоченной эфиром, которую присоединяют к сухой навеске. Навеску муки костяной кормовой также предварительно тщательно смешивают в бюксе с 3–4 г очищенного и прокаленного песка, и затем смесь переносят в патрон. Бюкс 2–3 раза вытирают обезжиренной ватой, смоченной эфиром, которую кладут в патрон. Верхние края патрона подворачивают так, чтобы закрыть лежащую в верхней части вату.

Приготовленный таким образом патрон помещают в экстрактор аппарата Сокслета так, чтобы он не был выше верхнего изгиба сифонной трубки. Колбу аппарата Сокслета высушивают при температуре  $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$  в течение 30 мин.

и после охлаждения взвешивают. Колбу наполняют примерно на  $2/3$  объема эфиром и присоединяют к экстрактору. Пускают воду в холодильник, и колбу с эфиром нагревают на водяной бане. При этом эфир, находящийся в колбе, испаряется и в виде пара проходит через широкую трубку экстрактора в холодильник, где охлаждается и в виде капель поступает в экстрактор с патроном. При заполнении экстрактора эфиром до верхнего изгиба сифонной трубки, последний переливается в колбу, унося с собой жир. В течение 1 ч должно быть 7–9 сливов эфира. Экстракция обычно длится 3–4 ч.

Для полноты извлечения сырого жира с высоким его содержанием (костная, мясокостная мука, мука кормовая рыбная и из морских млекопитающих и ракообразных), время экстракции увеличивается до 10–13 ч. Экстракцию жмыхов и шротов проводят 8 ч. По истечении указанного срока проверяют полноту экстракции. Для этого на часовое стекло или шлиф колбы помещают каплю стекающего из экстрактора растворителя. Если после испарения эфира на часовом стекле или шлифе колбы не останется жира, то значит, экстракция проведена полностью.

После окончания экстракции эфир из колбы отгоняют либо с использованием ротационного испарителя, либо на обычном перегонном аппарате с дефлегматором.

Допускается отгонка эфира из колбы в экстрактор. В этом случае патрон удаляют из экстрактора, колбу присоединяют к аппарату Сокслета. После заполнения экстрактора до верхнего изгиба сифонной трубки чистый эфир сливают из экстрактора, который затем вновь присоединяют к аппарату Сокслета и отгоняют оставшийся в колбе эфир.

После окончания отгонки эфира отсоединяют экстрактор, колбу выдерживают на бане до испарения растворителя. Затем в колбу с жиром добавляют  $2 \text{ см}^3$  ацетона, и растворитель вновь упаривают. После испарения растворителя колбу помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре  $105^\circ \text{C}$  в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Последующее взвешивание проводят после повторной сушки в течение 30 мин. Высушивание и взвешивание повто-

ряют до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,001 г.

При определении сырого жира в жмыхах и шротах из копры и пальмовых ядер высушивание проводят при температуре 60–70 °С. Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие через 30 мин.

Массовую долю сырого жира ( $X$ ), % вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m}, \quad (6.1.1)$$

где  $m_2$  – масса колбы с сырым жиром, г;  
 $m_1$  – масса пустой колбы, г;  
100 – коэффициент пересчета в проценты;  
 $m$  – масса пробы, г.

Массовую долю сырого жира ( $X_1$ ) на абсолютно сухое вещество вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{X \times 100}{100 - W}, \quad (6.1.2)$$

где  $X$  – массовая доля сырого жира в испытуемой пробе;  
100 – коэффициент пересчета в проценты;  
 $W$  – массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

## 6.2 Определение сырого жира по обезжиренному остатку

Метод основан на экстракции сырого жира из взвешенной анализируемой пробы растворителем и взвешивании обезжиренного остатка.

Метод предназначен для испытания всех видов растительных кормов, комбикормов, комбикормового сырья, кор-

мов животного происхождения (метод не распространяется на кормовые дрожжи).

В качестве растворителя используют диэтиловый, петролейный эфир (как при определении сырого жира по массе извлеченного сырого жира).

Из фильтрованной бумаги размером 100 × 90 мм делают пакетики. Пакетик из фильтровальной бумаги обезжиривают в эфире экстракцией в аппарате Сокслета в течение 1 ч, затем помешают в стеклянный бюкс и сушат при температуре 105 °С в течение 1 ч в сушильном шкафу, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. В высушенный и взвешенный пакетик отвешивают 1,0–2,0 г испытуемой пробы с погрешностью не более 0,001 г. Пакетик закрывают, помешают в ту же бюксу и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 3 ч. Затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Приготовленные таким образом 8–12 пакетиков с испытуемой пробой помешают в экстрактор аппарата Сокслета вместимостью 250 см<sup>3</sup> вертикально по 4 пакетика в ряд. В эксикатор наливают эфир так, чтобы он покрывал пакетики. Эфир наливают также и в колбу аппарата Сокслета в таком количестве, чтобы после слива его из экстрактора общий объем растворителя не превышал 2 / 3 объема колбы. Затем собирают аппарат и оставляют его в таком виде на ночь. Экстракцию проводят на следующий день, предварительно пустив воду в холодильник для охлаждения паров эфира.

Нагревают аппарат Сокслета на водяной бане. При нормальном кипении эфира должно быть 6–7 сливаний в час. Экстракцию проводят 5–8 ч.

В образцах с высоким содержанием жира (костная, мясокостная мука, кормовая рыбная мука из морских млекопитающих и ракообразных) для более полного его извлечения время экстракции увеличивают до 10–12 ч.

По окончании экстракции пакетики вынимают из аппарата и раскладывают их так, чтобы дать испариться эфиру, и сушат в тех же бюксах при температуре 105 °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Последующее взвешивание проводят после повторной сушки в течение 30 мин. Сушку и взвешивание повторяют до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

Массовую долю сырого жира в сухом веществе ( $X$ ) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_2 - m_3) \times 100}{m_2 - m_1}, \quad (6.2.1)$$

где  $m_2$  – масса бюксы с пакетиком и навеской до обезжиривания, г;

$m_3$  – масса бюксы с пакетиком и навеской после обезжиривания, г;

$m_1$  – масса высушенной бюксы с пакетиком, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

### **6.3 Определение сырого жира по обезжиренному остатку в аппарате ЭЖ-101**

Метод основан на экстракции сырого жира из взвешенной пробы авиационным бензином или нефрасом с последующим взвешиванием обезжиренного остатка.

Метод предназначен для испытания всех видов растительных кормов, комбикормов, комбикормового сырья (за исключением кормовым дрожжей) при проведении массовых анализов.

Пакетики размером 100 × 90 мм, сделанные из кусочков фильтровальной бумаги, обезжиривают в бензине экстракцией в аппарате ЭЖ-101 в течение 1 ч, помещают в стеклянные бюксы и сушат при температуре 105 °С в течение 1 ч.

В высушенные и взвешенные пакетики отвешивают 1,0–2,0 г испытуемой пробы с погрешностью не более 0,001 г. Пакетики закрывают, помещают в те же бюксы и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 3 ч. Затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Приготовленные таким образом пакетики с пробой до 100 штук помещают в экстракционную камеру установки ЭЖ-101 и заливают 0,5–0,7 дм<sup>3</sup> бензина. В резервуар-испаритель заливают 2,5 дм<sup>3</sup> бензина, затем закрывают крышкой с встроенным холодильником, пускают воду для охлаждения паров бензина и включают установку в сеть. Пары нагретого бензина конденсируются на холодильнике, и бензин стекает в экстракционную камеру с пакетиками. После заполнения экстракционной камеры бензин поступает по сифонной трубке в резервуар-испаритель, унося с собой жир.

Экстракция проводится не менее 6 ч. По окончании экстракции пакетики вынимают из экстракционной камеры и раскладывают так, чтобы дать испариться бензину. Сушат пакетики в тех же бюксах при температуре 105 °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Последующее взвешивание проводят после повторной сушки в течение 30 мин. Сушку и взвешивание повторяют до тех пор, пока разность между результатами двух последовательных взвешиваний составит не более 0,001 г.

Массовую долю сырого жира в сухом веществе ( $X$ ) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_2 - m_3) \times 100}{m_2 - m_1}, \quad (6.3.1)$$

где  $m_2$  – масса бюксы с пакетиком и навеской до обезжиривания, г;

$m_3$  – масса бюксы с пакетиком и навеской после обезжиривания, г;

$m_1$  – масса высушенной бюксы с пакетиком, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

### **6.3 Определение сырого жира по массе извлеченного сырого жира после предварительного гидролиза**

Метод основан на обработке пробы разбавленной соляной кислотой, извлечении сырого жира из гидролизата растворителем, удалении растворителя и взвешивании извлеченного жира. Метод предназначен для испытания кормовых дрожжей.

#### **Приборы и материалы:**

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более  $\pm 0,001$  г; весы лабораторные 3-го и 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г; баня водяная; сушилка кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью в измерениях не более  $\pm 2$  °С; эксикатор; пипетки градуированные; испаритель ротационный ИР-1М; дефлегматор сложный длиной 25 см; колбы ККШ-100-29/32; холодильник шариковый; воронки делительные вместимостью 100 см<sup>3</sup> 2-го класса точности; цилиндр мерный 1(3)-2-50(100).

Эфир медицинский (диэтиловый); соляная кислота концентрированная, разбавленная дистиллированной водой 2 : 1; эфир петролейный (фракция 40–70<sup>0</sup>); спирт этиловый ректифицированный технический; ацетон; кальций хлористый технический, предварительно прокаленный при температуре 250–300 °С в течение 2 ч.; вода дистиллированная.

#### **Проведение испытания**

В круглодонную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отвешивают 2 г продукта с погрешностью не более  $\pm 0,01$  г. В колбу добавляют пипеткой 2 см<sup>3</sup> этилового спирта. Содержание



колбы перемешивают встряхивателем. Добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой 2 : 1, и содержимое колбы тщательно перемешивают встряхивателем. Колбу соединяют с обратным холодильником и реакционную смесь нагревают на водяной бане при температуре  $75,0 \pm 2,0$  °С в течение 1 ч. Затем в колбу через холодильник добавляют 10 см<sup>3</sup> этилового спирта, колбу снимают с бани и оставляют для охлаждения.

После охлаждения содержимое колбы переливают в делительную воронку, смывают остаток гидролизата в колбе диэтиловым эфиром, используя для этой цели 25 см<sup>3</sup> растворителя. Смесь в воронке энергично встряхивают, добавляют 25 см<sup>3</sup> петролейного эфира и смесь снова встряхивают.

В случае образования устойчивой эмульсии в делительную воронку добавляют 10–15 см<sup>3</sup> этилового спирта. Содержимое делительной воронки встряхивают и оставляют для расслоения. После расслаивания нижний кислотный слой сливают обратно в круглодонную колбу, а эфирный слой переливают во вторую делительную воронку. Экстракцию липидов из кислотного слоя повторяют ещё два раза так, как описано выше, используя каждый раз смесь 15 см<sup>3</sup> диэтилового эфира и 15 см<sup>3</sup> петролейного эфира. При экстракции кислотный слой сливают каждый раз в круглодонную колбу, а эфирные слои сливают во вторую делительную воронку, в которую перенесли первую порцию растворителей.

По окончании экстракции реакционную смесь отбрасывают, а объединенный экстракт подвергают дальнейшей обработке. Экстракт дважды промывают дистиллированной водой порциями по 20 см<sup>3</sup>. Промывные воды сливают, а экстракт переносят в предварительно взвешенную (с погрешностью не более 0,001 г) круглодонную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Растворитель упаривают на ротационном испарителе при остаточном давлении не ниже 50 мм рт. ст. и температуре водяной бани не выше 35 °С, либо обычной перегонкой с дефлегматором.

Когда весь растворитель испарится, в колбу добавляют 2 см<sup>3</sup> ацетона, растворитель упаривают.

После испарения растворителя его остаток удаляют при нагревании в сушильном шкафу. Для этого колбу помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры  $105,0 \pm 2,0$  °С, и выдерживают 30 мин. Затем колбу переносят в эксикатор, а после охлаждения до комнатной температуры взвешивают. Колбу снова помещают в сушильный шкаф, прогревают 15 мин., охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Эту процедуру повторяют столько раз, сколько необходимо для доведения колбы с сырым жиром до постоянной массы.

Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями составляет не более 0,001 г. Если масса при последующих взвешиваниях возрастает, то за окончательный результат принимают минимальную массу.

Массовую долю сырого жира в сухом веществе ( $X$ ) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m}, \quad (6.4.1.)$$

где  $m_2$  – масса колбы с сырым жиром, г;

$m_1$  – масса пустой колбы, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты;

$m$  – масса пробы, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

## 7. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЫРОЙ КЛЕТЧАТКИ

Данный метод распространяется на все виды растительный кормов, комбикормов и комбикормовое сырье.

Метод основан на удалении из продукта кислотощелочерастворимых веществ и определении массы остатка, условно принимаемого за клетчатку.

### **Приборы и материалы**

Измельчитель проб растений или соломорезка; шкаф сушильный типа СЭШ-3М; мельница лабораторная; весы лабораторные 2-го и 3-го классов точности с пределам взвешивания 200 г и 500 г; насос электрический с разрежением 13 Па или водоструйный; прибор марки «Тесла» ВЧМ для определения влажности образцов; плитка электрическая; эксикатор; стаканчики (бюксы) стеклянные для взвешивания; воронка Джандиери (в расширенной части ее находится плоская стеклянная пластинка с отверстиями диаметром 1,0–1,5 мм); асбест листовой; воронка Бюхнера диаметром 8–10 см; воронка стеклянная диаметром 5 см; стаканы химические вместимостью 300–400 см<sup>3</sup>; колбы Бунзена для фильтрования под вакуумом; колбы мерные 2 класса точности, вместимостью 1000 см<sup>3</sup>; промывалка стеклянная или полиэтиленовая; палочки стеклянные длиной 20 см с резиновым наконечником; сито с отверстиями диаметром 1 мм; ножницы; ступка фарфоровая с пестиком; бумага фильтровальная лабораторная; бумага лакмусовая красная; трубки каучуковые и стеклянные; ткань для капронового сита диаметром отверстий не более 0,1 мм; ткань шелковая для сит.

Кислота серная концентрированная; кислота соляная концентрированная; калия гидроокись; кальций хлористый; спирт этиловый ректификованный или технический; эфир диэтиловый медицинский; вода дистиллированная.

### **Подготовка проб**

Средние пробы комбикормов, зерна, жмыхов, шротов, гранул травяной муки и витаминной муки из древесной зелени размалывают и просеивают через сито без предварительного просушивания или, в случае необходимости, после

предварительного высушивания до воздушно-сухого состояния.

Жмыхи, шроты, лузгу семян подсолнечника, шелуху хлопковых семян с масличностью выше 1,5% предварительно обезжиривают. Допускается использовать для определения клетчатки остаток после определения жира по методу Рушковского.

Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с притертой пробкой в сухом месте и используют для проведения испытания.

*Приготовление раствора серной кислоты массовой концентрации 4%*

Концентрированную серную кислоту объемом 23,3 см<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, в которую предварительно налито 201–300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, и после охлаждения доводят дистиллированной водой до 1000 см<sup>3</sup>, перемешивают.

*Приготовление раствора гидроокиси калия массовой концентрации 5%*

Гидроокись калия, массой 50 г, взвешенную с погрешностью не более  $\pm 0,1$  г, растворяют в 950 см<sup>3</sup> дистиллированной воды в фарфоровом стакане.

*Приготовление раствора серной кислоты массовой концентрации 3%*

Концентрированную серную кислоту объемом 17,5 см<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, в которую предварительно наливают 200–300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, и после охлаждения доводят водой до метки.

*Приготовление раствора гидроокиси калия массовой концентрации 20%*

Гидроокись калия массой 200 г, взвешенную с погрешностью не более  $\pm 0,1$  г, растворяют в 800 см<sup>3</sup> дистиллированной воды в фарфоровом стакане.

*Приготовление раствора соляной кислоты массовой концентрации 1%*

Концентрированную соляную кислоту объемом 22 см<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят дистиллированной водой до метки.

**Порядок проведения испытаний**

Навеску испытуемой пробы массой около 2 г для комбикормового сырья, взвешенную с точностью до 0,001 г, помещают в стакан вместимостью 300–400 см<sup>3</sup>, приливают 200 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

Допускается для комбикормового сырья использовать навеску массой 1 г, которую заливают 100 см<sup>3</sup> 4%-го раствора серной кислоты.

Для комбикормов используют навеску массой 1 г. Уровень жидкости в стакане фиксируют восковым карандашом или наклеиванием на стекло полоски бумаги. Смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой и доводят до слабого кипения на электрической плитке. Кипячение продолжают в течение 5 мин. от начала кипения при периодическом помешивании палочкой. При сильном кипении под стакан подкладывают слой асбеста. Стакан снимают с плитки, смывают со стенок приставшие частицы, дают отстояться осадку, и еще горячий раствор отсасывают с помощью вакуумного, водоструйного насоса или насоса Комовского. Для этого используют воронку диаметром 5 см, обтянутую шелковой тканью или тканью для капронового сита, диаметр отверстий которого не более 0,1 мм, или воронку Джандиери с бумажным фильтром для проб с содержанием клетчатки менее 3%.

Эти воронки посредством изогнутой стеклянной трубки и толстостенной каучуковой вакуумной трубки соединяют с колбой Бунзена вместимостью 3–5 дм<sup>3</sup>. Колба Бунзена соединена с вакуумным, водоструйным насосом или насосом Комовского.

При работе с воронкой Джандиери вырезают бумажный фильтр по диаметру воронки для того, чтобы закрыть все от-

верстия её сетчатого дна, накладывают фильтр на дно воронки и смачивают его дистиллированной водой из промывалки.

Насос приводят в действие, и фильтр плотно присасывается к пластинке воронки. Затем воронку осторожно вводят в стакан до соприкосновения с поверхностью горячей жидкости (погружать глубоко в жидкость не рекомендуется) и отсасывают раствор в колбу Бунзена. По мере отсасывания раствора воронку опускают, чтобы она все время касалась жидкости. Отсасывание продолжают до тех пор, пока высота слоя жидкости над осадком не составит примерно 10 мм.

По окончании отсасывания воронку вынимают из стакана, переворачивают фильтром вверх и дают оставшейся в воронке жидкости стечь в колбу Бунзена. Насос выключают и снимают пинцетом фильтр со дна воронки, прикладывают его к внутренней стенке стакана и струей горячей дистиллированной воды из промывалки смывают с фильтра и стенок стакана приставшие к ним частицы осадка. Обмывают также и воронку Джандиери. После отсасывания удаляют из стакана промытый фильтр, в стакан наливают горячую дистиллированную воду до метки, перемешивают, осадку дают отстояться, и снова отсасывают раствор. Отсасывание проводят три раза, каждый раз с новым бумажным фильтром.

При использовании воронки, обтянутой тканью, тканевый фильтр тщательно обмывают горячей дистиллированной водой после отсасывания, используя при этом стеклянную палочку с резиновым наконечником для снятия частиц с ткани. Воронку промывают над стаканом. Отсасывание проводят три раза, используя один и тот же фильтр. По мере износа тканевый фильтр заменяют новым.

После промывания осадка от серной кислоты дистиллированной водой в стакан наливают  $100 \text{ см}^3$  5%-го раствора гидроокиси калия и доводят горячей дистиллированной водой до метки  $200 \text{ см}^3$  (концентрация щелочи в стакане составляет 2,5%). При использовании навески массой около 1 г для комбикормов и комбикормового сырья наливают  $50 \text{ см}^3$  5%-го раствора гидроокиси калия и доливают горячей дистиллированной водой до метки  $100 \text{ см}^3$ . Затем содержимое

стакана тщательно перемешивают и кипятят в течение 5 мин. на электрической плитке.

После кипячения осадок переносят на воронку Бюхнера с бумажным фильтром, предварительно высушенном в сушильном шкафу при температуре 160 °С в течение 15 мин. и взвешенным вместе с бюксой на весах 2-го класса точности.

При использовании для высушивания клетчатки ВЧМ бумажный фильтр должен быть заранее высушен в приборе ВЧМ в течение 3 мин. при температуре 160 °С и взвешен.

Для фильтрования используют вакуумный, водоструйный насос или насос Комовского.

Осадок на фильтре последовательно отмывают горячей дистиллированной водой от щелочи (проба по лакмусу), 15 см<sup>3</sup> спирта и 15 см<sup>3</sup> диэтилового эфира. Промытый таким образом осадок переносят вместе с фильтром из воронки Бюхнера в ту же бюксу, в которой высушивали пустой фильтр, и высушивают в сушильном шкафу при температуре 160 °С в течение 2 ч для проб с содержанием сырой клетчатки более 15%, и в течение 1,5 ч для проб с содержанием сырой клетчатки менее 15%. Затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают на лабораторных весах 2-го класса точности. Допускается высушивать осадок с фильтром при температуре 105 °С в течение 4 ч.

Сырую клетчатку комбикормов и комбикормового сырья, кроме жмыхов, шротов и травяной муки и муки витаминной из древесной зелени, допускается высушивать в приборе ВЧМ.

Для этого фильтр с клетчаткой из воронки Бюхнера берут пинцетом, складывают вчетверо, загибая края вовнутрь, и помещают в прибор ВЧМ, предварительно нагретый до температуры 160 °С. Высушивание продолжают в течение 5 мин. с момента установления в приборе температуры 160 °С.

Высушенный фильтр с клетчаткой охлаждают в течение 5 мин. в эксикаторе и взвешивают.

Допускается высушивать сырую клетчатку комбикормов и комбикормового сырья, кроме жмыхов, шротов, травяной муки и муки витаминной из древесной зелени, при температуре 160 °С в течений 15 мин. в сушильном шкафу в бюксе, также предварительно высушенной при температуре 160 °С в течение 15 мин. и взвешенной. Высушенную бюксу с клетчаткой охлаждают в эксикаторе и взвешивают на весах 2-го класса точности.

Массовую долю клетчатки ( $X$ ) в процентах в испытуемой пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_1 \times 100}{m}, \quad (7.1)$$

где  $m$  – масса навески, г;

$m_1$  – масса полученного сухого остатка, вычисленная по разности между массой бюксы с фильтром и клетчаткой и массой фильтра и бюксы, или масса сухого остатка, полученного после высушивания в приборе ВЧМ, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Результаты вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Массовую долю сырой клетчатки ( $X_1$ ) в процентах в сухом веществе вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{X \times 100}{100 - W}, \quad (7.2)$$

где  $X$  – массовая доля сырой клетчатки в испытуемой пробе, %;

$W$  – влажность испытуемой пробы, %.



## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Данное пособие способствует систематизировать знания студентов специализации «Технология переработки рыбной продукции», расширяет их кругозор, позволяет изучить на лабораторных занятиях совокупность средств, способов и методов определения органических веществ в кормах и исходном сырье.

Подготовка исследуемой пробы, проведение испытаний студентами способствуют закреплению учебного материала, а контакты с преподавателем в процессе обучения позволяют уточнить отдельные аспекты, затрагиваемые в данном учебно-методическом пособии.

Строгая регламентация производственной деятельности, грамотное и пунктуальное соблюдение технологических параметров в процессе производства комбикормов, подготовки и хранения исходного сырья позволяет получать качественные корма для разновозрастной ценной выращиваемой рыбы, удовлетворяющие потребности их в питательных веществах.

Эффективное управление технологическими процессами требует обширных знаний по свойствам используемого сырья, понятий физико-химической основы производственных операций.

Ассортимент сырья отличается большим разнообразием и соответственно требует усвоения значительного объема информации по каждому его виду.

Систематизация, детализация и конкретизация производственного процесса способствует закреплению учебного материала. Каждый инженер-технолог, специалист в области выращивания и переработки рыбы должен знать технологические параметры производственных процессов и операций, контролировать их соблюдение, своевременно устранять сбои в работе и препятствовать их возникновению.

Постоянное обновление технологического оборудования и внедрение новейших технологий, а также выпуск новых видов комбикормов требует использования в научно-ме-

тодических разработках последних технических и научно-исследовательских достижений.

Овладение базовыми знаниями по учебным дисциплинам специализации позволяет подготовить грамотных специалистов, способных к самостоятельной производственной и научно-исследовательской деятельности.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. ГОСТ 13496.0-80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб.
2. ГОСТ 17681-82 Мука животного происхождения. Методы испытаний.
3. ГОСТ 13496.22-90 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения цистина и метионина.
4. ГОСТ 13496.2-91 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения сырой клетчатки.
5. ГОСТ 13496.3-92 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения влаги.
6. ГОСТ 13496.4-93 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина.
7. ГОСТ 13496.15-97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания сырого жира.
8. ГОСТ 27548-97 Корма растительные. Методы определения содержания влаги.
9. Привезенцев, Ю.А. Рыбоводство / Ю.А. Привезенцев, В.А. Власов. – М. : Мир, 2004. – 456 с.
10. Щербина, М.А. Кормление рыб в пресноводной аквакультуре / М.А. Щербина, Е.А. Гамыгин. – М. : Изд-во ВНИРО, 2006. – 360 с.

*Учебное издание*

Бубырь Ирина Валерьевна  
Козлова Тамара Васильевна  
Козлов Александр Иванович

**Методы исследования кормов**

Методические указания

Ответственный за выпуск *П.Б. Пигаль*

Редактор *Т.И. Сакович*

Подписано в печать 06.03.2014 г. Формат 60x84/16.  
Бумага офсетная. Гарнитура «Таймс». Ризография.  
Усл. печ. л. 3,02. Уч.-изд. л. 1,91.  
Тираж 57 экз. Заказ № 464.

Отпечатано в редакционно-издательском отделе  
Полесского государственного университета  
225710, г. Пинск, ул. Днепровской флотилии, 23.