

饲料检验实验指导书

陈学豪 王秋荣编



集美大学水产学院

二零零六年二月

目 录

一、实验规则	1
二、实验报告的要求	1
三、药品、试剂的使用原则	2
四、仪器的清洗和干燥	3
五、常用仪器的使用方法	4
实验一 饲料物理性状的观察	9
实验二 饲料粘结度的测定	10
实验三 水分的测定	12
实验四 粗灰分的测定	15
实验五 粗蛋白质的测定	16
实验六 粗脂肪的测定	23
实验七 粗纤维的测定	29
实验八 饲料中钙和总磷的测定	32
实验九 饲料中氯化物的测定	37
实验十 饲料中热能的测定	39

一、实验规则

- 1、实验前必须仔细阅读实验指导书，明确实验目的和要求，了解实验步骤、方法和基本原理。
- 2、实验前要认真听取教师讲解，不要乱动仪器设备和药品。
- 3、实验时应遵守操作规则，保证实验安全，特别小心使用电炉、烘箱和酒精灯等仪器及乙醚、丙酮等易燃药品。
- 4、使用水、电、药都要根据节约的原则，爱护仪器设备。对精密仪器如电子天平、分光光度计等应先熟悉使用方法。
- 5、遵守纪律，保持室内安静、清洁、整齐，严禁吸烟。
- 6、实验结束后，应检查水电是否关闭，应把实验台、仪器和药品整理干净。
- 7、按时完成实验操作和实验报告。
- 8、因操作不慎损坏仪器者，按学校有关规定处理。
- 9、每天必须完成当天安排的实验内容。

二、实验报告的要求

在实验操作之前，对当天或第二天的实验内容进行复习，并写出预习报告。每位同学要准备一本笔记簿。在做好每一个操作步骤的同时，及时把观察的情况及实验数据记录下来。记录数据不可随便涂改，实验后即整理记录，计算结果，写成书面报告。

实验报告一般内容：

- 1、实验题目和日期；
- 2、实验目的：简明扼要地叙述本次实验所要说明的问题；
- 3、操作步骤：详尽叙述实验的操作过程及观察到的一切现象；
- 4、实验结果：详尽记录所得数据，并将计算结果列表格或绘成曲线，便于进一步的分析与讨论；
- 5、讨论与总结：应简要总结所得结论及体会；
- 6、建议：对实验的内容和安排不合理的地方可提出改进的意见。对实验中的一切现象（包括反常现象）应进行讨论，提倡提出自己的看法，做到生动、活泼、主动地学习；
- 7、实验成绩包括实验表现、实验操作、实验结果和实验报告。

三、药品、试剂的使用原则

1、试剂的规格

化学试剂是纯度较高的化学制品，按杂质含量的多少，通常分成四个等级。我国化学试剂的等级见下表。

等级	一级试剂 (保证试剂)	二级试剂 (分析试剂)	三级试剂 (化学纯试剂)	四级试剂 (实验试剂)
表示符号	G. R.	A. R.	C. P.	L. R.
标签颜色	绿色	红色	蓝色	黄色
应用范围	精密分析及科学研究	一般的分析及科学研究	一般定性及化学制备	一般的化学制备

此外还有①光谱纯试剂(超纯试剂等):精密光谱分析,杂质 $< 0.01\%$ 。(S.P.)

②工业用试剂:作辅助试剂——干燥剂、致冷剂、配制洗液等。

我们应该根据节约的原则,按实验的具体要求来选用试剂。不要以为试剂越纯越好。级别不同的试剂价格相差很大。在要求不是很高的实验,使用纯度较高的试剂,就会造成很大的浪费。

2、试剂的贮存

固体试剂应该装在广口瓶内,液体试剂盛放在细口瓶或滴瓶内,见光容易分解的试剂装在棕色瓶内。盛放碱液的试剂瓶应该使用橡皮塞或者塑料塞,不能用玻璃塞。每个试剂瓶上都要贴上标签,标明名称、规格、浓度、溶剂、配制时间等,用铅笔或碳素笔书写,并涂一层蜡。

一般试剂存放于阴凉干燥处。

特殊试剂的存放:①受热易分解试剂存放于冰箱或阴凉处;②容易被潮解和氧化的试剂应置于干燥器中;③自燃的磷存放在水中;④钠存放在煤油中(若放在水中,吸水会放出大量的热);⑤易爆易燃的试剂应远离火源。

注意:试剂的存放要分门别类,例如碱液与酸液,氧化剂与还原剂要分开存放。

3、试剂的取用

(1) 固体试剂的取用:①固体试剂要用干净的药匙取用,如玻璃药匙、塑料药匙、骨骼药匙(不能取碘)、金属药匙(不能取与之反应的试剂)。②一般药匙两端分别为大小两个匙。取较多的试剂用大匙,取少量试剂用小匙。取出试剂后,一定要盖紧瓶盖,并将试剂瓶放回原处。③要求取一定重量的固体时,可把固体放在称量纸上或表面皿上,再在天平上称量。具有腐蚀性或易潮解的固体不

能放在纸上，而应放在玻璃容器内进行称量，要求准确称量一定重量的固体时，可在电子天平上用直接法或减量法称取。④开启瓶盖前应该先擦净瓶体；瓶塞应倒立放置；⑤试剂要放在容器的底部；大块结晶试剂放不进的，就先用研钵磨碎后再称量，若容器为管状，则将纸张对折一下，把试剂送到容器底部；取量不可过多，过量时不能再放回原试剂瓶，而要放入另一个容器。

(2) 液体试剂的取用：①从滴瓶中取液体试剂时，必须注意保持滴管垂直，避免倾斜，尤忌倒立，防止试剂流入橡皮头内而将试剂弄脏。滴管的尖端不可接触试管内壁，也不得把滴管放在原滴瓶以外的任何地方，以免杂质污染。②用倾注法取液体试剂时，取出瓶盖倒放在桌上，右手握住瓶子，使试剂标签朝上，瓶口紧靠容器壁，缓缓倾出所需液体。让液体沿着容器壁往下流。若所用容器为烧杯，则倾注液体时可用玻璃棒引入。用完后，即将瓶盖盖上。

加入反应器内所有液体的总量不超过总容量的 2/3，如用试管则不能超过总容量的 1/2。

四、仪器的清洗和干燥

1、仪器的清洗

饲料检验实验中经常使用各种玻璃仪器和瓷器。如用不干净的仪器进行实验，往往由于污物和杂质的存在，而得不到准确的结果。因此，在进行饲料检验时，必须把仪器洗涤干净。

一般来说，附着在仪器上的污物有尘土和其它不溶性物质、可溶性物质、有机物和油垢。针对这些情况，可以分别用下列方法洗涤。

①用水刷洗：用水和试管刷刷洗，除去仪器上的尘土、不溶性物质和可溶性物质。

②用去污粉、肥皂和合成洗涤剂洗：这些洗涤剂可以洗去油污和有机物质。若油污和有机物质仍然洗不干净，可用热的碱液洗涤。

③用洗液洗涤：坩埚、称量瓶、洗瓶、容量瓶、吸管和滴定管等，宜用洗液洗涤，必要时可将洗液加热。洗液可反复使用。洗液是浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液的混合物，有很强的氧化性和酸性。使用洗液时，应避免引入大量的水和还原性物质（如有机物），致使洗液被冲稀或变绿而失效。洗液具有很强的腐蚀性，用时必须小心。

洗液的配制：将 25g 粗 $K_2Cr_2O_7$ 溶解于 50ml 热水中，冷却后慢慢地加浓硫酸到总体积为 500ml。

④用特殊的试剂洗：特殊的沾污应选用特殊试剂洗涤，如仪器上沾有较多 MnO_2 ，用酸性硫酸亚铁溶液洗涤，可能效果更好些。

已洗净的仪器壁上不应附着不溶物、油污，这样的仪器可以被水完全湿润。

把仪器倒转过来，如果水是沿着仪器壁流下，器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜，而不挂水珠，则表示仪器已经洗净。

已洗净的仪器不能再布或纸张擦拭，因为布或纸张的纤维会残留在仪器壁上，弄脏仪器。

在实验中，洗涤仪器的方法要根据实验的要求、脏物的性质和弄脏的程度来选择。在定性、定量实验中，由于杂质会影响实验的准确性，对仪器洗涤的要求比较高，除一定要求器壁上不挂水珠外，还要用蒸馏水荡洗二、三次。在有些情况下，如一般无机制备和离子性质反应，仪器的洗刷要求可低一些。

2、仪器的干燥

可根据不同的情况，采用下列方法将洗净的仪器干燥。

①晾干：实验结束后，可将洗净的仪器倒置在干燥的实验柜内（倒置后不稳定的仪器则应平放）或仪器架上晾干，以供下次实验使用。

②烤干：烧杯和蒸发皿可以放在石棉网上用小火烤干。试管可直接用小火烤干，操作时应将管口向下，并不时来回移动试管，待水珠消失后，使管口朝上，把水气赶走。

③烘干：将洗净的仪器放进烘箱中烘干，放进烘箱前要把水沥干，并将仪器口朝下放置。

④用有机溶剂干燥：在洗净仪器内加入少量有机溶剂（最常用的是酒精和丙酮），转动仪器使容器中的水与其混合，倾出混合液（回收），放置（或吹风）使仪器干燥（不能放烘箱内干燥）。

带有刻度的容器不能用加热的方法进行干燥，一般可采用晾干或有机溶剂干燥的方法，吹风时宜用冷风。

五、常用仪器的使用方法

1、量筒

量筒是用来量取液体体积的仪器。读数时眼睛的视线应与量筒内弯月面的最低点保持水平（如图 0-1 所示）。

在进行某些实验时，如果不需要准确地量取液体试剂，不必每次都用量筒，可以根据在日常操作中所积累的经验来估量液体的体积。如普通试管容量是 20ml，则 4ml 液体占试管总容量的五分之一。又如滴管每滴出 20 滴约为 1ml，可以通过计算滴数的方法估计所取试剂

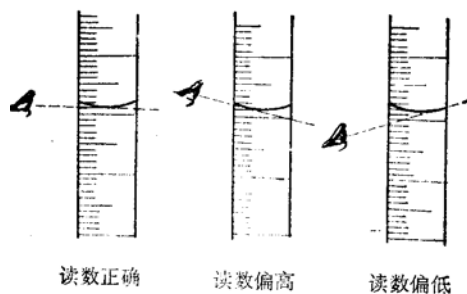


图 0-1 量筒的读数方法

的体积。

2、滴定管

滴定管是在滴定过程中用于准确测量滴定溶液体积的一类玻璃量器。滴定管一般分成酸式和碱式两种。酸式滴定管的刻度管和下端的尖嘴玻璃管通过玻璃活塞相连，适于装盛酸性或氧化性的溶液；碱式滴定管的刻度管与尖嘴玻璃管之间通过橡皮管相连，在橡皮管中装有一颗玻璃珠，用以控制溶液的流出速度。碱式滴定管用于装盛碱性溶液，不能用来放置高锰酸钾、碘和硝酸银等能与橡皮起作用的溶液。

①洗涤：滴定管可用自来水冲洗或先用滴定管刷蘸肥皂水或其它洗涤剂洗刷（但不能用去污粉），而后再用自来水冲洗。如有油污，酸式滴定管可直接在管中加入洗液浸泡，而碱式滴定管则先要去掉橡皮管，接上一小段塞有短玻璃棒的橡皮管，然后再用洗液浸泡。总之，为了尽快而方便地洗净滴定管，可根据脏物的性质，弄脏的程度选择合适的洗涤剂和洗涤方法。脏物去除后，需用自来水多次冲洗。若把水放掉以后，其内壁应该均匀地润上一薄层水。如管壁上挂有水珠，说明未洗净，必须重新洗涤。

②涂凡士林：

使用酸式滴定管时，如果活塞转动不灵活或漏水，必须将滴定管平放于实验台上，取下活塞，用软纸

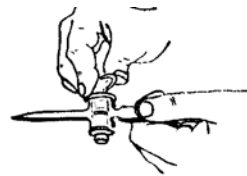
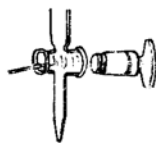
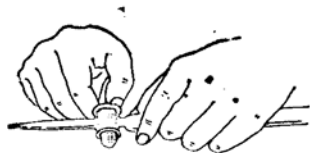


图 0-2(a) 活塞窝内的擦法 图 0-2(b) 活塞涂油法图 0-2(c) 活塞的旋转法

擦干活塞和活塞窝，然后分别在活塞的大头表面上和活塞窝小口的内壁上均匀地涂上一层薄薄的凡士林（也可将凡士林涂在活塞的两头）。注意不要把凡士林涂到活塞孔所在的那一圈面上，以免堵塞活塞孔。把涂好凡士林的活塞插进活塞窝里，单方向地旋转活塞柄，直到活塞与活塞窝接触处全部透明为止（如图 0-2 所示）。涂好的活塞转动灵活，而且不漏水。把装好活塞的滴定管平放在桌上，让活塞的小头朝上，然后在小头上套上一小橡皮圈（可从橡皮管上剪下一小圈）以防活塞脱落。碱式滴定管要检查玻璃珠的大小和橡皮管粗细是否匹配，即是否漏水，能否灵活控制液滴。

③检漏：检查滴定管是否漏水时，可将滴定管内装水至“0”刻度左右，并将滴定管夹在管夹上，观察活塞边缘和管端有无水渗出。将活塞旋转 180°后，再观察一次，如无漏水现象，即可使用。

④加滴定溶液：加入滴定溶液前，先用蒸馏水荡洗滴定管 2~3 次，每次约 10ml。荡洗时，两手平端滴定管，慢慢旋转，让水遍及全管内壁，然后从两端放出。再用待装溶液荡洗三次，用量依次为 10、5、5ml。荡洗方法与用蒸馏水荡洗时相同。荡洗完毕，装入滴定液至“0”刻度以上，检



图 0-3 碱式滴定管赶出气泡

查活塞附近（或橡皮管内）有无气泡。如有气泡，应将其排出。排出气泡时，酸式滴定管用右手拿住滴定管使它倾斜约 30° ，左手迅速打开活塞，使溶液冲下将气泡赶掉；碱式滴定管可将橡皮管向上弯曲，捏住玻璃珠的右上方，气泡即被溶液压出（如图 0-3 所示）。

⑤读数：对于常量滴定管，读数应读至小数点后第二位。为了减少读数误差应注意：

A. 滴定管应垂直固定，注入或放出溶液后需静置一分钟左右再读数。每次滴定前应将液面调节在“0”刻度或以下的位置。并注意检查管内有无气泡存在，滴定后还需要观察管内壁是否挂有液珠，不挂液珠便可读数。

B. 视线应与所读的液面处于同一水平上，对无色（或浅色）溶液应读取溶液弯月面最低点处所对应的刻度，而对弯月面看不清的有色溶液，可读液面两侧的最高点处。初读数与终读数必须按同一方法读数。

C. 对于乳白板蓝线衬背的滴定管，无色溶液液面的读数应以两弯月面相交的最尖部分为准，（如图 0-4 a 所示）。深色溶液也是读取液面两侧的最高点。

D. 为使弯月面显得更清晰，可借助于读数卡。将黑白两色的卡片紧贴

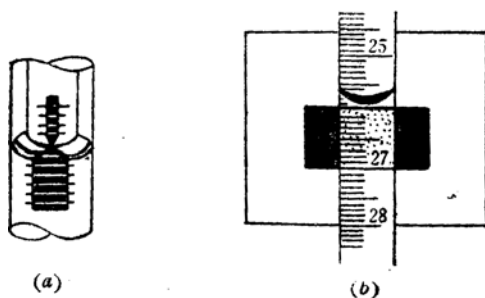


图 0-4 滴定管读数

在滴定管的后面，黑色部分放在弯

月面下约 1mm 处，即可见到弯月面的最下缘映成的黑色。读取黑色弯月面的最低点(如图 1-4 b 所示)。

⑥滴定：滴定前须去掉滴定管尖端悬挂的残余液滴，读取初读数，立即将滴定管尖端插入烧杯（或锥形瓶口）内约 1cm 处，管口放在烧杯的左后方，但不要靠杯壁（或锥形瓶颈壁），左手操纵活塞（或捏玻璃珠的右上方的橡皮管）使滴定液逐滴加入；同时，右手用玻璃棒顺着一个方向充分搅拌溶液（图 0-5 a），但勿使玻璃棒碰击杯底与杯壁。在锥形瓶内进行滴定时，用右手拿住锥形瓶颈，使溶液单方向不断旋转（图 0-5 b）。使用碘量瓶滴定时，则要把玻璃塞夹在右手的中指和无名指之间（图 0-5 c）。

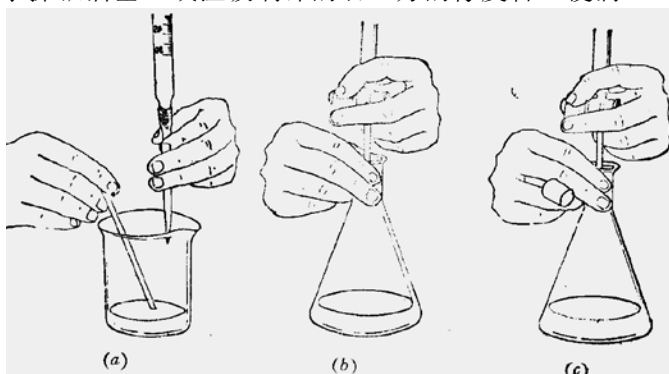


图 0-5 滴定操作

无论用哪种滴定管都

必须掌握不同的加液速度，即开始时连续滴加（不超过 10ml/min），接近终点时，改为每加一滴摇几下（或搅匀），最后每加半滴摇匀（或搅匀）。用锥形瓶加半滴溶液时，应使悬挂的半滴溶液沿器壁流入瓶内，并用蒸馏水冲洗瓶颈内壁；在烧杯中滴定时，必须用玻璃棒碰接悬挂的半滴溶液，然后将玻璃棒插入溶液中搅拌。终点前，需用蒸馏水冲洗杯壁或瓶壁，再继续滴到终点。

实验完毕后，将滴定管中的剩余溶液倒出，洗净装满水，再罩上滴定管盖备用。

3、容量瓶

容量瓶主要用来配制标准溶液或稀释溶液到一定的浓度。

容量瓶使用前，必须检查是否漏水。检漏时，在瓶中加入水至标线附近，盖好瓶塞，将瓶倒立（图 0-6 a），观察瓶塞周围是否渗水，然后将瓶直立（图示 0-6 b），把瓶塞转动 180°，再倒立，若仍不渗水，即可使用。

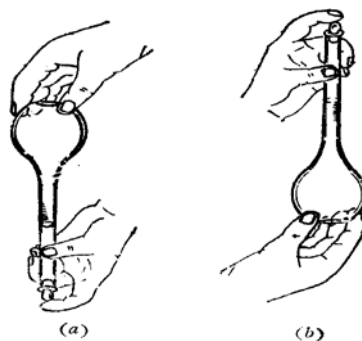
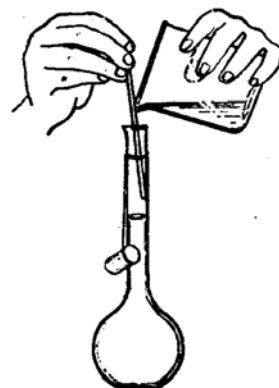


图 0-6 拿容量瓶的方法

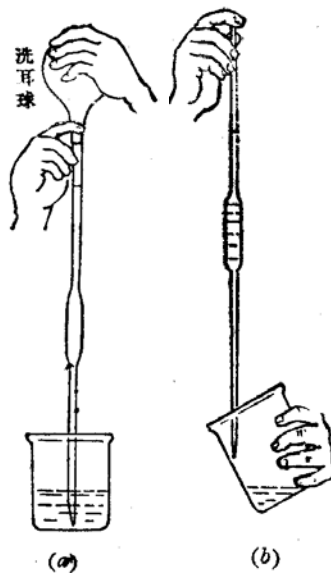
欲将固体物质准确配成一定体积的溶液时，需先把准确称量的固体物质置于一小烧杯中溶解，然后定量转移到预先洗净的容量瓶中，转移时一手拿着玻璃棒，一手拿着烧杯，在瓶口上慢慢将玻璃棒从烧杯中取出，并将它插入瓶口（但不要与瓶口接触），再让烧杯嘴贴紧玻璃棒，慢慢倾斜烧杯，使溶液沿着玻璃棒流下（图 0-7）。当溶液流完后，在烧杯仍靠着玻璃棒的情况下慢慢地将烧杯直立，使烧杯和玻璃棒之间附着的液滴流回烧杯中，再将玻璃棒末端残留的液滴靠入瓶口内。在瓶口上方将玻璃棒放回烧杯内，但不得将玻璃棒靠在烧杯嘴一边。用少量蒸馏水冲洗烧杯 3~4 次，洗出液按上法全部转移入容量瓶中，然后加蒸馏水稀释。稀释到容量瓶容积的 2/3 时，直立旋摇容量瓶，使溶液初步混合（此时切勿加塞倒立容量瓶），最后继续稀释至接近标线时，改用滴管逐渐加水至弯月面恰好与标线相切（热溶液应冷至室温后，才能稀释到标线）。盖上瓶塞，将瓶倒立，待气泡上升到顶部后，再倒转过来，如此反复多次，使溶液充分摇匀。按照同样的操作，可将一定浓度的溶液准确稀释到一定的体积。



4、移液管和吸量管的使用

移液管和吸量管也是用来准确量取一定体积液体的仪器，其中吸量管是带有分刻度的玻璃管，用以吸取不同体积的液体。

用移液管或吸量管吸取溶液之前，必须用少量待吸的溶液荡洗内壁 2~3 次，以保证溶液吸取后的浓度



不变。

用移液管吸取溶液时，一般应先将待吸溶液转移到已用该溶液荡洗过的烧杯中然后再行吸取。吸取时，左手拿洗耳球，右手拇指及中指拿住管颈标线以上的地方，管尖插入液面以下，防止吸空（图 0-8 a）。当溶液上升到标线以上时，迅速用右手食指紧按管口，将管取出液面。左手改拿盛溶液的烧杯，使烧杯倾斜 45°，右手垂直地拿住移液管使管尖紧靠液面以上的烧杯壁（图示），微微松开食指，直到液面缓缓下降到与标线相切时，再次按紧管口，

使液体不再流出。把移液管慢慢地垂直移入准备接受

溶液的容器内壁上方。倾斜容器使它的内壁与移液管的尖端相接触（图 1-8 b）。

松开食指让溶液自由流下。待溶液流尽后，再停 15s 取出移液管，不要把残留在管尖的液体吹出，因为在校准移液管体积时，没有把这部分液体算在内（如管上注有“快吹”字样的移液管，则要将管尖的液体吹出）。吸量管使用方法类同移液管，但移取溶液时，应尽量避免使用尖端处的刻度。

图 0-8 移液管的使用

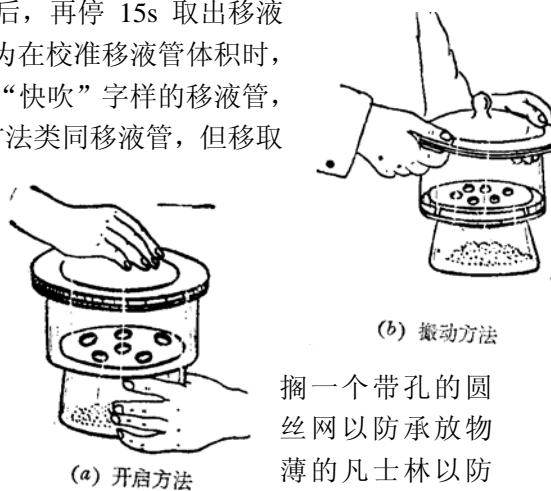


图 0-9 干燥器的使用

5、干燥器的使用

干燥器是存放干燥物品防止吸湿的玻璃仪器。干燥器的下部盛有干燥剂（常用变色硅胶或无水氯化钙），上形瓷板以承放容器，瓷板下放一块铁下落。干燥器是磨口的，涂有一层很止水气进入。开启（或关闭）

干燥器时，应用左手朝里（或朝外）按住干燥器下部，用右手握住盖上的圆顶朝外

（或朝里）平推器盖（图 0-9 a）。当放入热坩埚时，为防止空气受热膨胀把盖子顶起而滑落，应当用同样的操作两手抵着它，反复推、关盖子几次以放出热空气，直至盖子不再容易滑动为止。

搬动干燥器时，不应只捧着下部，而应同时按住盖子（图 0-9 b），以防盖子滑动。使用干燥器时应注意：

- ①干燥器应注意保持清洁，不得存放潮湿的物品。
- ②干燥器只在存放或取出物品时打开，物品取出或放入后，应立即盖上。
- ③放在底部的干燥剂，不能高于底部的 1/2 处，以防沾污存放的物品。干燥剂失效后，要及时更换。

实验一 饲料物理性状的观察

一、目的 学习用物理方法检验饲料物理性质的方法。

二、仪器 天平，烧杯，单凹载玻片，透明剂，显微镜，解剖镜等。

三、实验内容

1、鱼粉显微结构观察 取少量鱼粉于单凹载玻片上，加 1 滴透明剂，在显微镜或解剖镜下观察鱼粉中特有的鱼类的鳞片、肌肉束、脊椎骨等结构。

透明剂的配制：甘油：水 = 1：1

2、浮性粒状饲料物理性状的观察 取一个 100ml 烧杯装入半杯自来水，投入 10 粒浮性粒状饲料。半小时后，用手轻捏，若有弹性且不会破损则为好的饲料。

3、沉性粒状饲料水中稳定性的观察 将对虾粒状饲料置于一个 100ml 烧杯中浸泡 2 小时，取出置显微镜或解剖镜下观察。要求：**粒状饲料边缘没有溃散**。再浸泡 1 小时，再观察，此时饲料边缘稍有溃散，则为好的饲料。

4、鳗鱼粉状饲料粘弹性的观察 取鳗鱼粉状饲料 50g 置于烧杯内，按鳗鱼粉料：水=1：1.2 比例加入 60ml 的自来水。用手捏拌成团块状后观察。

好的饲料要求：①用手拍打团块，有弹性且不粘手；

②用双手拉开，拉得长且不易断。

实验二 饲料粘结度的测定

一、目的和原理 水产饲料由于投放于水中，在水中需具有一定的稳定性，使各种原料不致溃散，营养物质不致溶失，因此要添加一定比例的粘合剂。

旋转式粘度计的原理是当转子受到饲料液体物质的阻力时，游丝产生扭矩，使圆盘上产生一定刻度。

二、仪器 NDJ-1 型旋转式粘度计，天平，称量纸，磁力搅拌器，800ml 烧杯等。

三、实验步骤

1、称 α -淀粉 15g、25 g 将其分别溶解于 500ml 水中。

溶解方法：在一个 800-1000ml 烧杯内装入 500ml 水置于磁力搅拌器上，边搅拌边慢慢加入 α -淀粉，直至完全溶解。

2、先调整 NDJ-1 型旋转式粘度计的水平平衡。选好转子型号（从小号到大号，即 4→0 号），接上螺杆，旋转升降钮，将转子浸入液体中，继续旋转至转子液面标志（凹）与液面平行。

3、按动电动开关，使转子在溶液中旋转，转动变速钮（由慢至快）选择转速。

表 2-1 量程与转子、转速的选择

量程 (Pa·S)		转速 (转/分)			
		60	30	12	6
转 子 型 号	0 号	10	20	50	100
	1 号	100	200	500	1000
	2 号	500	1000	2500	5000
	3 号	2000	4000	1 万	2 万
	4 号	1 万	2 万	5 万	10 万

注：当可预估量程（即粘度时）。选择转子与转速采用上表。

当转速选好后，使转子在溶液中旋转 20~30 秒，待指针旋转稳定后，按住指针控制杆，使读数固定下来，再关闭电机，读取读数。

4、指针读数在 30~90 格为佳。当指针所指读数过高或过低时，可变换转子和转速。

四、计算

$$\text{绝对粘度 } \eta = K \cdot a \times \frac{m}{500} \text{ (Pa} \cdot \text{S)}$$

K: 系数，可从表二中查出； a: 指针刻度； m: 饲料重量

表 2-2 K 表

转速 (转/分) 转子型号	60	30	12	6
0 号	0.1	0.2	0.5	1
1 号	1	2	5	10
2 号	5	10	25	50
3 号	20	40	100	200
4 号	100	200	500	1000

实验三 水分的测定

一、测定目的和原理

水分的测定包括初水分、吸附水的测定和总水分的计算。为了防止新鲜饲料由于氧化和酶的活动过程而发生变质，也便于样品的保藏和准确测定样品中的成分，所以有必要进行水分的测定。

将样品置于 60~65℃烘箱中干燥，前后的重量之差即为初水分；再将样品（风干状态）置于 100~105℃烘箱中干燥至恒重，前后重量之差为吸附水。

二、仪器设备 培养皿或称量瓶，药匙，天平，干燥器，铁钳，烘箱，小型粉碎机，水分快速测定仪等。

三、初水分的测定

1、取平均新鲜样品 200-300g（精确到 0.01g），置于已知重量的称量瓶中，先在 105℃烘箱内烘 15min，立即降至 65℃烘干，约 5~6h。取出后，置于室内空气中冷却 4h 称重。

2、重复上述操作，直到两次称重之差不超过 0.5g 为止。

3、计算：

$$\text{初水分 (S}_0\text{)} = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100\%$$

m_0 ：干燥前样品重量，g

m_1 ：干燥后样品重量，g。

四、吸附水的测定

一般饲料及原料（为风干样品）需经粉碎后直接测定吸附水水分。

（一）烘箱干燥法

1、称量瓶的称重：将称量瓶洗净并和盖子统一编号，开盖在 105±2℃烘箱中烘干 1h。关闭电源，待温度下降至 60℃以下方可打开烘箱门，利用铁钳取出称

量瓶，置于干燥器中冷却 30min，称重，准确至 0.0002g。

2、先取少量风干样品粉碎至 40 目，称取 2-5g 装入称量瓶，盖好称重（精确到 0.0002g），然后半打开盖子置于 105±2℃烘箱中干燥 3h；盖好盖子后，移入干燥器内冷却 30min，称重。

3、按上述操作再干燥 1h，冷却称重，如此重复，直至前后两次所称重量之差小于 0.002g 为止。

4、计算：

$$\text{吸附水 (S}_1\text{)} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\%$$

m_1 : 105℃烘干前样品和称量瓶总重量，g；

m_2 : 105℃烘干后样品和称量瓶总重量，g；

m_0 : 称量瓶的重量，g。

(二) 水分快速测定法

1、电子水份测定仪操作方法

①按“ON/OFF”，打开电源。

②按“MODE”，选择模式。

0-100 % 水份%=(总重-干重)/总重×100%

100-0% 干物质%=(干重/总重)×100%

0-1000% 比率 1=(总重-干重)/干重×100%

100-1000% 比率 2=总重/干重×100%

③按“CF”，选择参数。

按“F1”，调节温度。‘F1’ ↑ ‘F2’ ↓ + “ENTER”

按“F2”，设置加热时间。‘F1’ ↑ ‘F2’ ↓ + “ENTER”

按“⊙”，显示时间间隔。‘F1’ ↑ ‘F2’ ↓ + “ENTER”

④开盖，放平铝皿。

⑤按“ENTER”，调零。

















⑥加入已准确称取的研碎样品 5 克，均匀地铺在铝皿底部，关上盖子。

⑦按“ENTER”，开始测定。

⑧显示“END”后读值。

⑨按“CF”，重新测定。

2、MB35 卤素水份测定仪操作方法

- ① 开机：按  键接通电源。预热 15 分钟。
- ② 设定烘干温度：按  键进入温度设定模式，按  或  设定温度从 50°C—160°C，按  键确定。
- ③ 设定烘干时间：按  键进入定时或自动模式，按  或  选择定时或自动，按  键确定。
- 按  键进入烘干时间设定模式，按  或  显示闪烁时改变时间，按  键确定。
- ④ 样品准备：按去皮键  清零。准确称取 3—5 克固体样品，均匀分布在铝皿底部。请记住相同的样品测试次数越多，结果越准确。
- ⑤ 进行测试：将均匀分布样品的铝皿放在称盘上，关上盖子，按  键开始测试。当仪器显示 TEST OVER 时，测试结束。此时仪器显示该样品中水份的含量。
- ⑥ 取走已测完的样品和铝皿，按  键清零，再进行下一轮测试。

五、总水分的计算： 总水分 (S) = $[S_0 + (1 - S_0) S_1] \times 100\%$

六、注意事项

- 1、水分含量相差很大的样品不应同在一个烘箱中干燥。
- 2、干燥过程不应随意打开或旋动调节钮。
- 3、水分含量过多样品，不能直接测定总水分，而应在 60~65°C 烘箱中干燥，以免样品因表面凝结而妨碍水份的蒸发。
- 4、脂肪含量高的样品，长时间烘烤，会因脂肪氧化而增重，应注意控制干燥时间。
- 5、糖分、芳香油、醇或者有机酸含量高的样品，可采用减压干燥法、甲苯蒸馏法，真空干燥或冷冻干燥法测定。
- 6、两平行样品测定值相差不超过 0.2%，否则须重新测定。

实验四 粗灰分的测定

一、原理 灰分是指饲料中的矿物质（或称无机盐或氧化物），主要是指钾、钙、镁、硫、硅，磷和铁等，及一些其他的微量元素。

测定方法是饲料在 550℃ 温度下灼烧，把饲料中的有机物质灼烧氧化后，所残余的灰白色物质用电子天平称重，即得粗灰分的重量。

二、仪器设备 马福炉，瓷坩埚，干燥器，铁钳，烘箱，电炉，电子天平等。

三、测定步骤

1、坩埚的处理

①清洗：将坩埚置 3mol/L HCl 中煮沸，冲洗干净，干燥。

②标记：坩埚用 0.5% FeCl₃ 墨水溶液[0.5g FeCl₃·6H₂O 溶于 100ml 蓝墨水中]与盖子统一编号，然后一起置于 550℃ 的马福炉中，灼烧 30min 后，待炉温降至 200℃ 以下时，将坩埚移入干燥器内，冷却至常温，称重。再重复灼烧、冷却称重，直至两次质量之差小于 0.0005g (m₀)

2、炭化 称样品 1-5g（精确到 0.002g）（如鱼粉和饲料 2 g，豆粕 3-4g，面粉 5 g）总量不超过坩埚容量的 1/2，放入坩埚，在电炉上进行低温炭化，至无浓烟冒出时，滴入 5~10 滴的浓硝酸继续炭化。

3、灰化 炭化后，盖上坩埚（要留条缝隙），移入马福炉，在 550±20℃ 下灼烧 3h，使全部样品变为灰白色，红棕色（含氧化铁）或绿色（含锰）。关闭电源，取出坩埚，移入干燥器内冷却 30min，称重，再同样灼烧、冷却称重，直至两次质量之差小于 0.001g。若灰分中仍有黑色炭粒存在，则需待冷却后，滴入 5~10 滴的浓硝酸或双氧水。再在电炉上蒸干（炭化）后重新灼烧，直至完全灰化。

4、粗灰分含量计算

$$\text{粗灰分 (\%)} = \frac{m_1 - m_0}{m_2 - m_0} \times 100\%$$

m₁: 坩埚加灰分的重量，g;

m₂: 坩埚加样品的重量，g;

m₀: 称量瓶的重量，g。

四、注意事项

- 1、样品应轻轻地放入坩埚内，不宜压得过紧或者磨得过细，以免氧化不充分。
- 2、温度不可超过 600℃，否则会引起磷、硫等盐的挥发。
- 3、精密度：粗灰分含量在 5% 以上，允许相对偏差为 1%；
粗灰分含量在 5% 以下，允许相对偏差为 5%。
- 4、粗灰分用盐酸溶解后作为钙、磷的测定液。

实验五 粗蛋白质的测定

一、测定原理 当饲料中的有机物与硫酸共热时，其中的蛋白质和其他的有机氮转变为硫酸铵，在强碱作用下加热蒸馏放出氨，用硼酸溶液吸收，用标准盐酸溶液滴定，求出含氮量。最后，以蛋白质的含氮量（通常 16%）换算出蛋白质的含量。

二、仪器设备 凯氏蒸馏装置，消化瓶，消化炉（300w），洗瓶，滴定管（酸式），量筒，容量瓶，三角瓶（50ml），电子天平，称量纸，小型粉碎机 etc.

三、试剂

- 1、浓 H_2SO_4 (比重 1.84)。
- 2、40% NaOH 溶液：取 40g NaOH 溶于 100ml 蒸馏水。
- 3、2% 硼酸溶液（或饱和硼酸溶液）：20g 硼酸（ H_3BO_3 ）溶于 1000ml 蒸馏水当中。
- 4、0.1mol/L HCl 溶液：取 8.3ml 浓 HCl，用蒸馏水定容至 1 L，标定。

标定方法：将无水碳酸钠（ Na_2CO_3 ）在 270~300°C 灼烧至恒重（约 1 小时），称 0.20g，溶于 50ml 蒸馏水中，加 2 滴甲基红—溴甲酚绿混合指示剂，用刚配制的 0.05mol/L HCl 溶液滴定，滴定终点溶液呈现灰红色，煮沸 2min，冷却后，再滴定，滴定终点溶液呈现灰红色。

$$C_{HCl} = \frac{Na_2CO_3 (200mg)}{53 \times V_{HCl}}$$

6、甲基红—溴甲酚绿混合指示剂：取 20ml 0.1% 甲基红酒精溶液，与 20ml 0.5% 溴甲酚绿酒精溶液，混匀。（阴凉处保存，不得超过三个月）。

7、催化剂：称取 0.4g 硫酸铜（ $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ）和 6 克无水硫酸钠，研碎混匀。

四、测定步骤

1、消化（图 5-1 消化装置）

①先将消化瓶洗净，用电风吹吹干，称取催化剂 6g 和样品 1~5g（精确到 0.0002g）（如鱼粉 1 g，饲料和豆粕 2g，面粉 5 g），用称量纸包好放入消化瓶底。量 20ml 浓 H_2SO_4 慢慢加入，再小心摇动。此时样品发生焦化。

②将消化瓶置于消化炉上，连结好流水吸收废气管道，打开电源加热，起初电压调大，待消化瓶内冒泡时调小电压，待大量冒烟过后再调大电压。

③加热至样品呈透明的浅蓝色或白色为止（大约 2-3 小时），关上电源，取出消化瓶自然冷却，而后，沿着消化瓶壁注入少量蒸馏水，并将溶液移入 100ml 容量瓶内，用蒸馏水冲洗消化瓶几次，洗液全部注入容量瓶内，加蒸馏水至定容

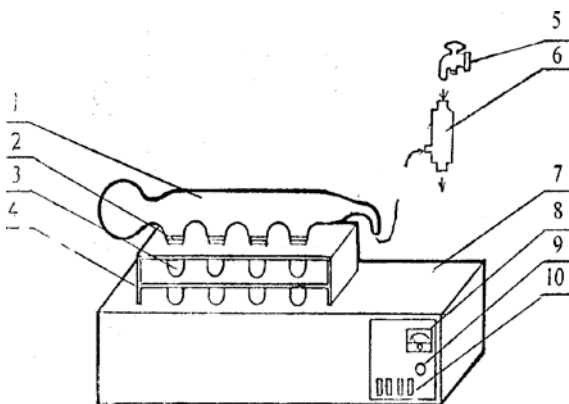


图 5-1 消化装置

- 1 排污管 2 密封圈 3 消化管 4 消化架 5 水龙头
6 抽吸泵 7 消化炉 8 电压表 9 旋钮 10 开关

瓶至刻度线，混合均匀。冷却后用蒸馏水定容至刻度线，加塞，混合均匀后备用。

④同时做一个不加样品的空白实验。

2、蒸馏

①连接好凯氏定氮装置(图 5-2) ，并夹紧排污水管。接通电源使高压锅（蒸汽发生器）产生蒸汽。由加液漏斗加入蒸馏水至反应室中清洗，待沸腾后，用手捏紧蒸汽水管赌注蒸汽，就可虹吸出反应室中污水，需进行 2-3 遍清洗。

②取 20ml 2% 硼酸溶液或硼酸饱和溶液于 50-100ml 三角瓶内，并加甲基红-溴甲酚绿混合指示剂 1 滴，此时溶液呈灰红色。然后将三角瓶置于冷凝管下，使管口浸入硼酸溶液液面下约 0.5cm。

③先夹紧排污水管。吸取消化稀释液 10ml，由漏斗处加入反应室内，用少量蒸馏水冲洗漏斗，塞紧。再取 40% NaOH 溶液 10ml 由漏斗加入，边加边小心提起塞子使 NaOH 溶液慢慢流入反应室，此时反应室内有反应发生，将要流尽时，立即塞紧，往漏斗内冲满蒸馏水，再小心提起塞子使水流入一些，留下少许水后立即塞紧，并再加入半漏斗的蒸馏水，以防漏气。（注意：一加入 NaOH 溶液漏斗绝对不能漏气）

④此时由于蒸汽进入反应室使消化液翻腾，NH₃ 被释放出来，并通过冷凝管被三角瓶内的硼酸溶液所收，待硼酸溶液变色后（约 5min），或三角瓶内硼酸溶液增加 1 倍的体积，移开三角瓶，使液面离开冷凝管口，再蒸馏 1min，并用蒸馏水冲洗冷凝管口，移开三角瓶。用手捏紧蒸汽水管赌注蒸汽，虹吸出反应室中污水，用蒸馏水清洗反应室 2-3 遍。夹紧排污水管，再做下一个样品。

⑤将空白对照的消化液做同样处理。

⑥实验结束后，虹吸出反应室中污水，并用蒸馏水清洗反应室 2-3 遍，关闭电源。

3、滴定 用 0.1mol/L 盐酸标准溶液滴定，到接收液的颜色由绿色变为灰红色即是终点。同样滴定试剂空白实验的接收液。

4、计算

$$\textcircled{1} \text{ CB}\% = \frac{N_{\text{HCl}}(V_1 - V_2) \times 14}{m \times \frac{V}{V} \times 1000} \times 100\%$$

CB: 含氮量

V₁: 样品所滴定的 ml 数;

V₂: 空白滴定所用的 ml 数;

V: 试样分解液蒸馏用 ml 数;

V: 试样分解液总 ml 数。

m: 样品重, g。

$$\textcircled{2} \text{ 粗蛋白质百分含量} (\%) = \text{CB}\% \times 6.25$$

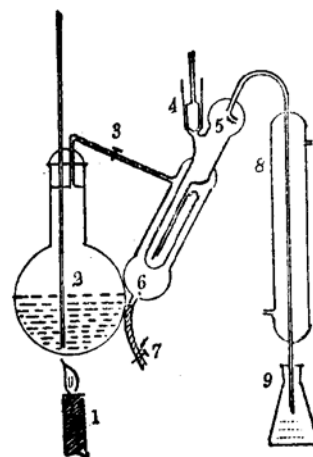


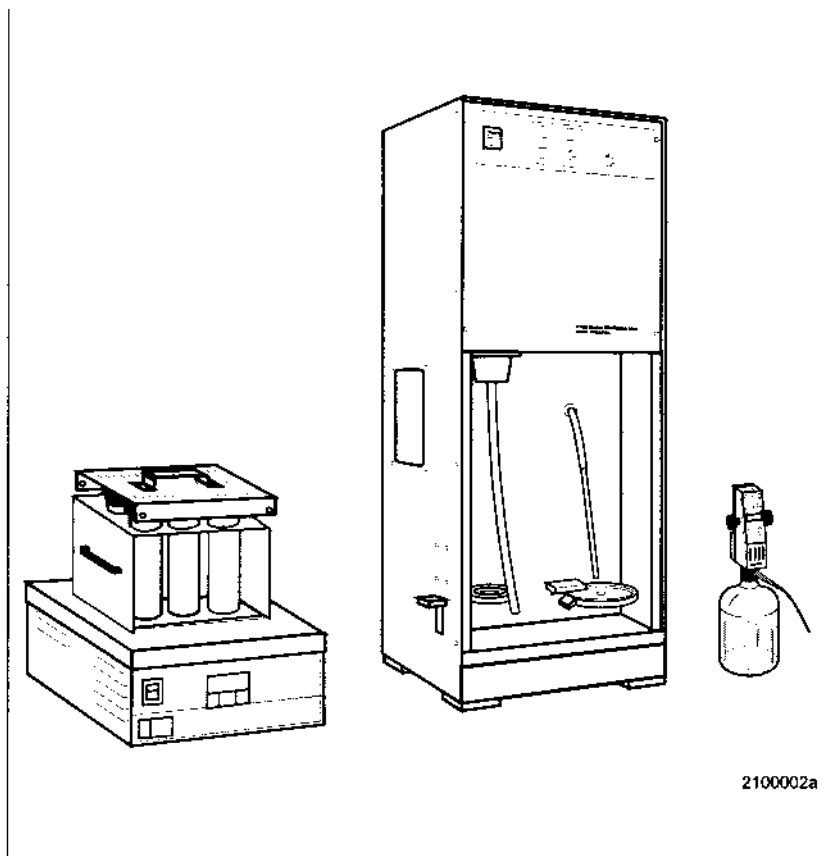
图 5-2 凯氏蒸馏装置

- 1 加热源 2 蒸汽发生器 3 橡皮管及止水夹
4 加液漏斗 5 反应室 6 反应室外壳
7 排污管及止水夹 8 冷凝管 9 接受瓶


五、注意事项

- 1、消化时注意调节消化炉电压。
- 2、蒸馏完毕应先取下接收瓶，然后关闭电源，以免酸液倒流。
- 3、凯氏蒸馏装置蒸馏完一次，必须彻底清洗碱液，以免引起下次实验误差。
- 4、检查装置是否漏气，或试剂的纯度。可用测定硫酸铵的含 N 量 ($21.9\% \pm 0.2\%$) 检验。
- 5、精密度：
粗蛋白质在 25% 以上，允许相对偏差为 1%
粗蛋白质在 10~25% 以内，允许相对偏差为 2%
粗蛋白质在 10% 以下，允许相对偏差为 3%


附：Kjeltec 2100凯氏定氮仪的操作方法



一、消化部分

1. 按下  键接通消化炉电源。在显示屏上将显示出等待菜单。编辑消化时间 30—60min 和目标温度 420℃，消化炉开始加热。
2. 称取样品 1g（精确至 0.1mg）放入消化管（称样的多少视样品中含氮量而定）。

3. 添加 5g (2 片) 催化剂 (相当于 7 克 K_2SO_4 和 0.8 克 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$)。
4. 仔细添加 12ml 浓硫酸, 轻轻地摇动, 将样品被酸浸湿。注意: 对含脂高或含碳水化合物多的样品要用 15ml 硫酸。每次测定操作都应该做一个空白样品。
5. 将装上涤气装置的消化管连支架放入预热好的消化器 (420℃), 将水抽气泵和水龙头全开。按下等待菜单里的“Start”按钮来启动定时器开始倒计时。
6. 5min 后调小抽气泵水流使酸雾恰好被吸入涤气罩。
7. 继续消化直至全部样品变为透明的蓝绿色澄清液体。根据样品种类, 消化时间大约在 30—60min 之间。

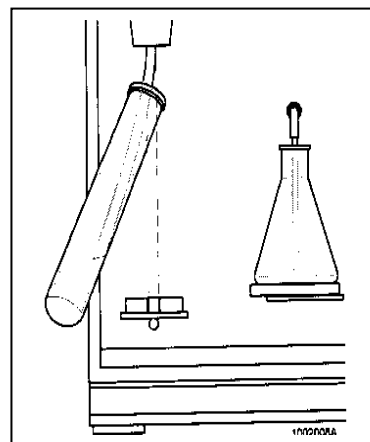
8. 消化完毕后, 按下  键消化炉被关闭。将消化管连同支架和涤气罩一起从消化器中取出, 将其放置在一耐热物上。为了照顾残存的蒸气需将水吸气器额外再开启 10-15min。
9. 冷却后, 将排气装置放在滴盘上以防止酸滴落在地表面。
10. 关闭水吸气器的水龙头。
11. 在每个消化管中仔细加入 75ml 蒸馏水, 准备进行蒸馏。
12. 实验完毕后, 关好水电, 拔掉仪器电源插座, 并做好记录。

二、蒸馏部分

1. 检查碱桶中碱液的量, 不足时补齐。
2. 打开电源。
3. 分析模式的设定: 本蒸馏装置可以使用延时及 Safe 功能, 在使用 Safe 功能时, 蒸汽在碱泵启动前两秒加入, 保证在碱加入时没有剧烈的酸碱反应。使用延时功能时, 蒸汽发生器将在加入碱后的 12 秒后开始启动。启动延时功能: 在开电源的同时, 按住







键, 就可以将仪器置于延时模式下。进入此模式的表示是在碱值的中间有一个“.”的表示。




启动 Safe 功能: 在开电源的同时, 按住  键, 就可以将仪器置于 Safe 延时模式下。

4. 加碱量及蒸馏时间的设定: 开电源键的同时, 按住  键, 就可以改

变碱及蒸馏时间的设定: 按住  键的同时, 在按  键就可以从 0-150 ml

的范围改变加碱的数值 (10ml 为步距), 按住  键的同时, 在按  键就可以从 1-15 分钟的范围改变加蒸馏的时间 (1 分钟为步距)。完成设置后, 释

放  键就可完成。

本仪器的出厂设置为：


Alkali Volume: (碱的加入量): 60ml

Analysis mode:(分析模式): SAfE

Distillation time:(蒸馏时间): 5 分钟


5. 确保消化管及接收三角烧瓶放好，安全门关好。

6. 打开冷却水开关。

7. 按手动蒸汽键  ，手动打开蒸汽发生器，

蒸馏数分钟直到在三角烧瓶中有液体流出。

说明仪器已经准备好。

8. 在蒸馏装置中放入一加量为 2/3 蒸馏水的消化管，按蒸汽键  蒸馏使蒸气发生器产生蒸气约 5min，以清洗系统。

9. 仪器空白：取一空的消化管放入蒸馏器，将 35—40ml 1%的硼酸吸收溶液加入接收瓶中，再加 4 滴溴甲酚绿和 3 滴甲基红指示剂，使馏出液出口浸入吸收液中，


关上安全门，按分析键  开始运转完整的蒸馏程序。


10. 将消化管及接收瓶移走。

11. 将已消化完毕样品的消化管放入蒸馏器，将 35—40ml 1%的硼酸吸收溶液加入接收瓶中，再加 4 滴溴甲酚绿和 3 滴甲基红指示剂，使馏出液出口浸入吸收液中，关上安全门。

12. 按分析键  开始运转完整的蒸馏程序。

13. 接收瓶中的溶液这时呈绿色，表示有碱—氨存在。

14. 完成后，置换消化管及接收瓶，再按分析键  键开始第二个样品，直到完成全部样品的蒸馏。

15. 在蒸馏装置中放入一加量为 2/3 蒸馏水的消化管，按蒸汽键  蒸馏使蒸气发生器产生蒸气约 5min，共清洗系统二次。取消蒸气开程序，蒸气发生器停止，取下消化管，倒掉内容物。关闭电源与水源。打开仪器后面的放水开关，放完水后，关闭此开关。

14. 将滴水盘卸下，用清水清洗。

三、滴定部分 用标准盐酸溶液（通常为0.1mol/L或0.2mol/L）滴定馏出液至兰/灰色为滴定终点，记下耗用盐酸的毫升数。

注意：实验完毕后，关好水电，拔掉仪器电源插座，在仪器使用记录本上做好记录。

附：饲料中挥发性盐基氮（VBN）测定方法

一、原理 利用弱碱性试剂氧化镁使试样中碱性含氮物质游离，而被蒸馏出来。用硼酸吸收，再用标准酸液滴定，计算出含氮量。

二、仪器 小型粉碎机或研钵，电子天平（感量 0.0001g），常量定氮装置，振荡机，具塞锥形瓶：150ml，250ml，烧杯（100ml，800ml），三角烧瓶，滴定管（酸式，10ml）等。

三、试剂

1、0.1 mol/L 盐酸标准溶液（无水碳酸钠标定）：吸取盐酸(分析纯)8.3ml，用蒸馏水定容至 1000ml。

2、0.01mol/L 盐酸标准溶液：用 0.1ml/L 盐酸标准溶液稀释获得。

3、2%硼酸溶液：取 2g 硼酸(分析纯)，溶于 100ml 水配制成 2%溶液。

4、混合指示剂：0.1%甲基红乙醇溶液，0.5%溴甲酚绿乙醇溶液，两溶液等体积混合，阴凉处保存三个月以内。

5、1%氧化镁溶液：取 1.0g 氧化镁（化学纯）溶于 100ml 蒸馏水震荡制成混悬液。使用时要摇匀。

四、测定

1、称 1~5g 鱼粉（精确到 0.0001g）于 250ml 锥形瓶（带塞子）中，加蒸馏水 100ml，在震荡器上震荡 30min 后，静置，取上清液。

2、取 20ml 2%硼酸溶液于 50-100ml 锥形瓶中，加混合指示剂 2 滴，使常量蒸馏装置的冷凝管末端浸入此溶液。

3、取 50ml 或全部样品液注入蒸馏室中，再加入 1%氧化镁溶液 10-20ml，马上塞紧入口橡皮塞，蒸馏 10min 后，使冷凝管末端离开吸收液面，再蒸馏 1min，用蒸馏水洗冷凝管口，洗液也流入吸收液。

4、吸收液（吸收氨后）立即用 0.01mol/L 盐酸标准溶液滴定，溶液由蓝绿色变成灰红色即是终点，同时进行试剂空白测定。

五、测定结果的计算

1、计算见下列公式：

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C_1 \cdot 14}{m_1 \cdot \frac{V}{V}} \times 100$$

式中：X₁：样品中挥发性盐基氮的含量，mg/100g

V₁：滴定试样时所需盐酸标准溶液体积，ml

V₂：滴定空白时所需盐酸标准溶液体积，ml

C₁：盐酸标准溶液浓度，mol/L

m_1 : 试样重量, g

V : 试样分解液蒸馏用体积, ml

V : 样品液的总体积, ml

14: 与 1.00ml 盐酸标准滴定溶液相当的氮的质量, mg。

2、重复性

每个试样取两个平行样进行测定, 以其算术平均值为结果。允许相对偏差为 5%。

实验六 粗脂肪的测定

一、测定原理 脂肪在结构上存在着非极性的长链，具有与烃一样的性质，在水中溶解度很小，但能溶于有机溶剂。样品用无水乙醚或石油醚提取后，蒸去溶剂后的物质为粗脂肪。其中除脂肪外，还含有色素及挥发性油、醋、树脂等物质。

二、仪器设备 脂肪测定仪，抽脂器全套，恒温水浴锅，干燥器，Φ9cm 定性滤纸，烘箱，分析天平。

三、试剂 无水乙醚（沸点 37—60℃）或石油醚。

四、测定步骤

（一）常规玻璃仪器测脂法

1、索氏抽脂法

①洗净并干燥全套抽脂器（图 6-1），用铅笔标记脂肪瓶口内侧和抽脂室，而后安装于恒温水浴锅上（注意结合处的紧密性）。将脂肪瓶洗净后，置 100~105℃ 烘箱中干燥 1h 后取出，冷却 30min 后称重，再烘干 30min，同样冷却称重，两次重量之差小于 0.0008g 为恒重（ m_1 ）。记录瓶号和瓶重，然后安装于抽脂器上。

②称样品（已风干）约 2—5g（精确至于 0.2mg），用脱脂滤纸（或 Φ9cm 定性滤纸）包好，并用铅笔写上与脂肪瓶相同的号数，在 100~105℃ 烘箱内干燥 2h，冷却 30min 后，用镊子将脂包放入抽脂室内。将浸提管装在脂肪瓶上。从其上口注入无水乙醚 60—80ml（先注满，让其虹吸一次，然后再加到浸没脂肪包）。用脱脂棉轻轻塞住冷凝管上口，接合冷凝管和浸提管，浸泡过夜。

③打开冷凝水，接通恒温水浴锅的电源，将水温控制在 60~75℃。抽脂时间视样品的脂肪含量而定，直至抽脂肪室内的乙醚无色澄清为止（一般需要加热抽脂 8 小时）。

④抽脂完毕，用镊子取出脂肪包，安装好装置，让乙醚再回流虹吸一次，以清洗抽脂管内的余留脂肪。再继续蒸馏，当抽脂室内乙醚累积至虹吸管口 2/3 时，倒出乙醚回收，再蒸馏，直至脂肪瓶内的乙醚仅剩 1—2ml 为止。

⑤关掉冷却水和电源，取下脂肪瓶，擦净脂肪瓶外的灰尘与水污，放置通风处，让瓶内剩余的乙醚自然挥发掉，然后，置 100~105℃ 烘箱中干燥 2h，取出，冷却 30min，称重，再烘干 30min，同样冷却称重，两次重量之差小于 0.001g 为恒重（ m_2 ）。

⑥结果计算

$$\text{粗脂肪}\% = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\%$$

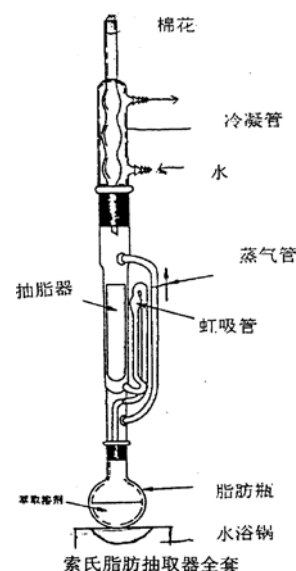


图 6-1 索氏脂肪抽取器

- m: 风干样品的重量, g;
- m₁: 已恒重的脂肪瓶重量, g;
- m₂: 已恒重的盛有脂肪的脂肪瓶重量, g。

2、鲁氏抽脂法:

基本操作步骤, 抽脂时间等与索氏抽脂法几乎一样。所不同的是:

- ①脂肪包干燥后要称重 m₁' (g)。
- ②抽脂后的脂肪包要让乙醚自然挥发掉后, 烘干, 称重 m₂' (g)。
- ③结果计算:

$$\text{粗脂肪}\% = \frac{m_1' - m_2'}{m_{\text{样}}} \times 100\%$$

(二) SZF-06 脂肪测定仪 (图 6-2) 的使用方法

1、抽提筒的清洗、称重 用肥皂水清洗抽提筒后, 用蒸馏水过数遍。晾干, 用铅笔 (或记号笔) 标记, 至 105℃ 烘箱内干燥 1h, 称重。

2、称样

①用肥皂水清洗手, 用 Φ9cm 定性滤纸折成与滤纸筒架大小相近的脂肪包。

②称样品约 2g (精确至 0.0002g) 放入脂肪包内, 并用铅笔标记。

③将脂肪包置于一个培养皿内, 打开培养皿盖, 在 105℃ 烘箱内干燥至恒重 (约 2h), 称重。盖上培养皿盖, 置干燥器内备用。

3、抽提安装

①将脂肪包置于纸筒架内 (若脂肪包太高, 将尖端折入), 提升滑动球, 即放下吸纸筒架的磁铁, 牢牢吸住纸筒架后, 拉下滑动球。

②加 50ml 无水乙醚于抽提筒内, 置加热板上, 稍微下压操纵杆, 调整抽提筒与浸提室的接触口, 锁紧操纵杆。检查抽提筒是否松动, 若发现松动, 则需重新调整。

4、打开冷却水, 调到适量流水。开启电源, 调节温度至 70~80℃ (75℃)。

5、脂肪包浸泡 提升滑动球, 放下纸筒架, 将脂肪包全浸泡在乙醚内 1h。

6、抽提 提高纸筒架 5cm。打开 (放竖) 乙醚回流开关 (红色)。打开加热开关, 加热浸提。

7、乙醚回收 浸提完毕 (约需用 3~4h), 再提高纸筒架 1cm, 达最高位, 关闭 (放平) 乙醚回流开关, 直到抽提筒内乙醚蒸发干为止。

8、关掉加热开关和电源, 取出抽提筒和脂肪包。关掉冷却水。

9、抽提筒和脂肪包干燥 2h、称重 用纱布将抽提筒外部擦干, 与脂肪包

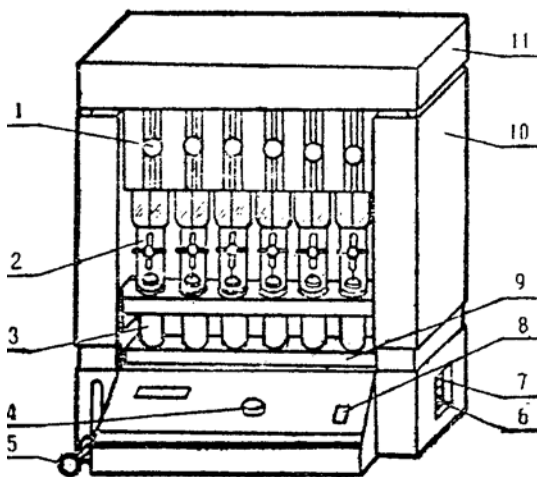


图 6-2 SZF-06 脂肪测定仪

- 1 滑动球 2 抽提器 3 抽提筒 4 温度调节旋钮
- 5 板手 6 电源插座 7 溶丝座 8 电源开关 9 加热板
- 10 箱体 11 箱盖

置 105℃ 烘箱内干燥（起先烘箱门呈半开状态），冷却 30min 后，称重，再烘干 30min，同样冷却、称重，反复直至两次重量之差小于 0.001g 为止。

10、计算

①索氏抽提法：

$$\text{粗脂肪}(\%) = \frac{m_2 - m_{\text{筒}}}{m} \times 100\%$$

②鲁氏抽脂法：

$$\text{粗脂肪}\% = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$

m_2 为抽提筒与脂肪重量，g；







m_1 、 m_2 分别为脂肪包抽提前后的重量，g；


m 为样品重量，g。

11、特别注意

- ①脂肪包不能太高，否则会影响磁铁吸力。
- ②抽提筒安装时一定要扣紧。
- ③冷却水要注意开，否则乙醚蒸发发出，危害健康。
- ④仪器使用完一定要擦干净，各部件收集齐全。

（三） 2055 手动索氏提取系统操作方法

1. 检查操作单元的水/油液面（应该达到添料漏斗的下沿）。
2. 按下控制装置上的“Power”电源开关（开关上的灯应亮起），显示屏将显示所装软件的版本号，然后处于待机状态，此时显示先前所运行的程序。根据分析需要按加减键   来选择 1—9 号程序，并确认超温限制是否正确设置。
3. 设定一个新程序：根据实验设定所用方法的正确温度和浸提时间（工作温度 75℃；沸腾时间 15-30min；淋洗时间 30-45min）首先用加减键   选一个程序，然后按  设置键和加减键设定各个浸提步骤所需温度和时间，设置完成后等待显示停止闪动或按  键直到通过浸提设定的最后一步。回收时间的设定应根据试验了解溶剂回收到回收器中所需时间来定，根据所使用的溶剂和温度的不同，通常此时间在 5—10min 之间。如果随后还要继续测定，第四步可以设到 59min，以保持加热板的温度。
4. 打开冷凝器水龙头，水流应调成 2L/min 以免溶剂从冷凝器中蒸发（流量的确定是以冷却水温约为 15℃为条件制定的）。

5. 在分析开始前先按加热键  预热加热板，加热板将加热到程序所设定的温度。

6. 样品准备：样品需干燥

7. 浸提：

① 将滤筒接上接头；②用滤筒托放在天平上，把样品称入到滤筒中；③用滤筒移取夹将滤筒移到滤筒架中；④在样品的上部放一块儿脱脂棉球，并把滤筒放进已装上托架的滤筒托内。用托架将装有样品的滤筒插入到浸提装置内。


8. 将滤筒插入冷凝器中：


①将浸提单元上的右手柄放到高位（浸提杯导入位置）；②将浸提单元上的左手柄放到最低位（Boiling 位置），用滤筒托架将滤筒放入浸提单元中。然后将浸提单元上的左手柄放到高位（溶剂回收位置）；③将左右两个手柄同时放到最高的位置用持杯器将 6 个样品杯同时放入浸提单元中，并用浸提杯支架将 6 个浸提杯插入。将右手柄放至中间位置，让浸提杯嵌入冷凝器中。将左手柄移到中间位置以使阀门开启，通过浸提装置上部的连接器用溶剂添加管路套件将溶剂灌入每个杯中。

9. 将右手柄放到低的位置，将冷凝器和浸提杯压到加热板上，按控制单元上的





启动键开始程序运行，当浸提单元的温度升到低于设定温度 5℃时，蜂鸣器

开始鸣响，将左手柄放在沸腾位置，按  键开始沸腾时间的倒计时。

10. 淋洗：当沸腾倒计时到达零时，控制装置的蜂鸣器再次响起，将滤筒移到淋洗位置（左手柄的中间位置），按  键计时器开始淋洗的倒计时。

11. 溶剂的回收，取出浸提杯和滤筒

①溶剂回收：当淋洗倒计时到达零时，控制单元启动蜂鸣器鸣响。将滤筒放到回收的位置（左手柄放到最高位置，按  键开始回收倒计时。

②当分析剩余时间为 3min 时，空气泵开始自动开启。如果您想使用该泵时间更长一些的话(超过 3min)，您可以按  键手动开启。

③升起冷凝管到装样位置（右手柄置于上位），把样品杯连同杯托一起取出，置于 100℃干燥箱中 30min，在干燥器中冷却再称重。

12. 取出滤筒，使用滤筒托架。弯折托架使滤筒托开磁环，取出滤筒，或者降下滤筒位置，用手逐个取出。

13. 关闭系统

①关掉主电源

②关掉冷水阀

③排空溶剂集液筒：a) 将排放管套进浸提装置前面的溶剂阀的开口处；b) 把管子放到用于回收溶剂的瓶中，如果可能的话，请将管向下插到溶剂中；c) 小心打开阀门，直到溶剂停止滴落；d) 关闭阀门。

五、注意事项

- 1、实验完毕后，关好水电，拔掉仪器电源插座，在仪器使用记录本上做好记录。
- 2、样品称量后应先干燥，以免使样品中的水溶性糖类等的溶解而引起误差。
- 3、脂肪瓶和脂肪包尽量避免接触手；脂肪包的大小要适当，切勿高于虹吸管上口。
- 4、乙醚为易燃品，应注意避免热源。初烘脂肪瓶时，应该部分打开烘箱门，以免乙醚燃烧起火。脂肪瓶烘干时间不宜过长，否则脂肪易分解。
- 5、精密度

粗脂肪含量在 10% 以上，允许相对偏差为 3%。

粗脂肪含量在 10% 以下，允许相对偏差为 5%。

附：鱼粉中酸价的测定方法

一、鱼粉中的酸价

等级	特级品	一级品	二级品
酸价 (mg KOH/g)	< 3	< 5	< 7

二、酸价的测定方法

(一) 原理

鱼粉中游离脂肪酸用氢氧化钾标准溶液滴定，每 g 鱼粉消耗氢氧化钾的 mg 数，称为酸价。

(二) 试剂

1、酚酞指示液：1% 乙醇溶液

2、乙醚-乙醇混合液：按乙醚-乙醇 2: 1 混合，用 0.1mol/L 氢氧化钾溶液中和至对酚酞指示液呈中性。

3、0.1000-1.0000mol/L 氢氧化钾标准液

(三) 操作步骤

称 5.000g 试样，置于锥形瓶中，加入 50ml 中性乙醚-乙醇混合液震荡混匀，静止 30min，过滤。滤渣用 20ml 中性乙醚-乙醇混合液清洗，并重复洗一次，滤液合并后加入酚酞指示液 2~3 滴，以 0.1000mol/L 氢氧化钾标准液滴定至初显微红色，且 0.5min 内不褪色为终点。

(四) 结果计算

$$\text{酸价 (mg KOH/g)} = \frac{V \times C \times 56.11}{m}$$

式中：V——样品消耗氢氧化钾标准液体积数，ml

C——氢氧化钾标准溶液浓度，mol/L

m——鱼粉试样质量，g

56.11——每毫升 1mol/L 氢氧化钾溶液相当氢氧化钾 mg 数。

(五) **重复性** 每个样品做两个平行实验，结果以算术平均值计。

- 1、酸价值 2.0mg KOH/g 以下时两个平行试样的相对偏差不得超过 8%，
- 2、其它值时两个平等试样的相对偏差不得超过 5%，否则重做。

实验七 粗纤维的测定

一、测定原理 纤维素是植物细胞壁的组成物质，它常与半纤维素、果胶物质、木质素等同时存在于植物组织中，它们对各种试剂都很稳定，因此很难把这些物质从纤维素中完全分开。一般常用一定浓度的硫酸（沸热）和一定浓度的氢氧化钠（沸热）溶液各处理 30min。样品经过酸（热）处理，可将淀粉、果胶物质、部分半纤维素、部分植物碱和矿物质降解；经过碱（热）处理，可将蛋白质，部分半纤维及木质素、脂肪溶解除去。再用乙醇和乙醚处理，去除单宁、色素、剩余脂肪、蜡、树脂及部分蛋白质、戊糖等。最后所得残渣，减去灰分，即为粗纤维。

这种粗纤维中，纤维素和木质素占 97%，还含有少量蛋白质、半纤维素、戊聚糖和若干无机物。

二、仪器设备 FOSS2021 简易型杯式纤维测定仪、马福炉、分析天平、干燥器、烘箱等。

三、试剂

1、1.25%硫酸工作液：取 6.89ml 浓 H_2SO_4 注入 800ml 蒸馏水中，冷却后稀释至 1000ml。

2、1.25%氢氧化钠工作液：迅速称 NaOH 50g 溶于 400ml 蒸馏水中，再量 100ml 稀释成 1000ml。

3、95%乙醇和无水乙醚。

4、泡沫剂：水和石油醚(1+4)混合。

5、石英砂。

四、测定方法

（一）常规测定法

1、酸处理 称样品 1~2g（或抽去脂肪后的样品），精确至 0.0002g，小心地放入 500ml 烧杯中，加入 1.25%硫酸溶液 200ml（或 10% H_2SO_4 25ml+蒸馏水 175ml），加一滴防泡沫剂，在烧杯上标上液面高度，放置电炉上加热至微沸，同时，用一个烧杯烧开蒸馏水。并从沸腾始，维持微沸及其浓度不变 30min，杯上可加盖表面皿，以减少水分蒸发。若水分蒸发减少，则补加蒸馏水（热）至烧杯上标识刻度。然后，冲洗杯壁，取下放置片刻，让样品沉淀，用布氏漏斗筛绢抽滤，去除酸液，再不断用热蒸馏水洗涤，直到用蓝色石蕊试剂检查为中性止。

2、碱处理 把筛绢上经酸处理残留物，用 1.25% NaOH 溶液又冲入烧杯中，同样加至刻度，加热微沸并维持其浓度不变 30min，让样品沉淀后抽滤，洗涤至中性。

3、乙醇、乙醚处理 将经过碱处理后的残渣，用少量沸水移入原烧杯中，然后小心地又移入古氏坩锅（经干燥并铺好石英砂）中，继续抽滤至干。先用 20ml 95%乙醇分 2~3 次洗涤，然后再用 20ml 乙醚分多次洗涤（脱脂样品不加），抽干。

4、烘干、灰化 将古氏坩锅一起放入 $130\pm 2^\circ C$ 烘箱中，干燥 2h，冷却 30min 后，称重 m_1 ，然后又移入 $550^\circ C$ 马福炉中灰化 30min，待炉温降至 $200^\circ C$ 时，取出冷却 30min 后称重 m_2 。

5、计算

$$\text{粗纤维}\% = \frac{m_1 - m_2}{m_{\text{样}}} \times 100\%$$

式中 m_1 : 130°C 烘干后坩埚及试样残渣重, g;

m_2 : 550°C 灼烧后坩埚及试样残渣重, g;

$m_{\text{样}}$: 试样(未脱脂)质量, g。

(二) 2021简易型杯式纤维测定仪(FOSS)使用法

操作步骤:

1. 样品需粉碎并通过40目筛;
2. 试剂: 1.25% H_2SO_4 及1.25% NaOH , 应准确标定。(6个样品1次各需试剂350ml以上, 丙酮1瓶以上、蒸馏水若干)。
2. 样品杯使用前需干燥(105°C, 至少30min), 冷却后称重(连同盖子), 记下重量 W_1 。
3. 称取样品1-2g 放入样品杯中, 准确到0.1mg, 记下样品重量 W_2 (其中每次样品分析应有一个空白样品)。盖上样品杯盖, 将其放置于样品杯盘上相应标识处。
4. 将3个去脂烧杯分别加入丙酮约120ml; 将样品杯盘转移至洗涤架上, 再将样品完全浸没于丙酮溶液中并每杯旋转30s后沥干(若样品脂肪含量低于1%, 此步骤可省略; 如样品含有碳酸根大于5%时, 丙酮应换为等量0.5mol/L盐酸, 来回旋转几次后等待5min, 最后再用蒸馏水洗涤一次)(注意! 溶剂应浸没样品并低于样品杯盖)。
5. 打开仪器开关, 往烧杯中加入350ml 1.25% H_2SO_4 (加到刻度线处); 并将烧杯放在加热板上加热, 加热酸洗涤液至沸腾, 并将样品托盘转移至沸腾架上, 放上止动块。
6. 将样品放入刚沸腾的酸洗涤液中, 并适度旋转; 盖上冷凝器, 打开冷凝水阀门; 将加热功率调至5~7之间以保持微沸; 开始计时。(在此期间可预加热洗涤用蒸馏水)(注意! 溶剂应浸没样品并低于样品杯盖; 沸腾5min后, 检查样品杯是否能透气; 假如样品粘住样品杯盖, 可用滴管将其滴下去。)
7. 准确微沸30min后, 将样品做若干次旋转后提起沥干并由酸洗涤液中取出, 放置在干净的强力吸水布上; 倒出废酸液, 换成沸腾的蒸馏水, 连续洗涤样品三次, 每次350ml, 沥干。(在水洗期间可预加热碱洗涤液)。
8. 往烧杯中加入350ml 1.25% NaOH (加到刻度线处); 预热碱洗涤液至沸腾。
9. 如第6步一样, 立即将样品放入碱洗涤液中, 并适度旋转; 将加热功率调至5~7之间以保持微沸; 开始计时。(在此期间可预加热洗涤用蒸馏水)(注意! 溶剂应浸没样品并低于样品杯盖; 沸腾5min后, 检查样品杯是否能透气; 假如样品粘住样品杯盖, 可用滴管将其滴下去。)
10. 准确微沸30min后, 如第7步操作, 将样品由碱洗涤液中取出和洗涤沥干, 并关闭冷凝水阀门, 关闭仪器开关。

11. 将样品杯盘转移至洗涤架上，用120ml丙酮洗涤脱脂和脱水，以及除去其它可能的可溶物，沥干并使丙酮充分挥发干净后，置于烘箱中干燥至绝干（一般可在130℃2h或105℃4h），冷却后取出称重，记下残留样品和样品杯的总重量 W_3 。在此期间应称量预干燥后的陶瓷坩埚，记下坩埚重量 W_4 ）。

12. 将样品杯放置于相应编号的坩埚中，用小刀割去样品杯盖；在通风橱中将坩埚在电炉上炭化样品和样品杯至无烟后，放入马福炉，于 $600\pm 10^\circ\text{C}$ 灰化至完全（一般可能需4h）；待坩埚冷却至 200°C 以下，取出放于干燥器；冷却至室温后称重，记下坩埚（含灰份）重量 W_5 。

计算：

$$\text{粗纤维\%} = [w_3 - (w_1 \cdot c) - (w_5 - w_4 - D)] \cdot 100 / w_2$$

w_1 = 样品杯重

W_2 = 样品重

w_3 = 浸提后样品杯+残渣重

w_4 = 坩埚重

w_5 = 坩埚+灰分

c = 空白因素 = w_3 空白 / w_1 空白（一般 >0.999 ）

D = 样品杯灰分（一般 $<3\text{mg}$ ）

五、注意事项

- 1、实验完毕后，关好水电，拔掉仪器电源插座，在仪器使用记录本上做好记录。
- 2、酸碱处理必须严格遵守处理时间及浓度的要求。
- 3、处理后静置时间不能太长，抽滤要快速。
- 4、精密度：

粗纤维含量在10%以上，允许相对偏差为4%；

粗纤维含量在10%以下，允许相差（绝对值）为0.4。

附： 无氮浸出物的计算

饲料中的无氮浸出物主要指淀粉、葡萄糖、果糖、蔗糖、糊精和五碳糖等。无氮浸出物一般不进行实际测定，而是根据相差计算法来求得。因此，只能概括说明饲料样品中这部分养分的含量。

计算：

$$\text{无氮浸出物\%} = 100\% - (\text{水分\%} + \text{粗蛋白质\%} + \text{粗脂肪\%} + \text{粗纤维\%} + \text{粗灰分\%})$$

实验八 饲料中钙和总磷的测定

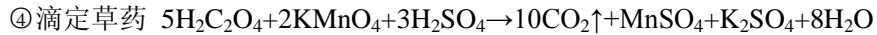
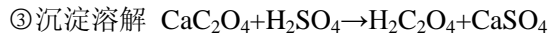
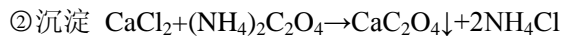
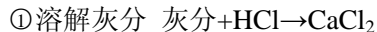
一、饲料中钙的测定

(一) 高锰酸钾法

1、测定原理

饲料样品灰化后，用盐酸溶解使成氯化钙。然后在溶液中加入草酸铵，使钙成为草酸钙沉淀而分离，经过滤、洗涤后再把草酸钙溶解于硫酸中，以标准高锰酸钾溶液滴定游离的草酸根离子，由于 1Ca^{2+} 相当于 $1[\text{C}_2\text{O}_4]^{2-}$ ，故根据高锰酸钾标准液的用量，可计算出饲料中钙的含量。

主要化学反应：



2、仪器设备

电炉，棕色滴定管，长颈漏斗， $\Phi 12\text{cm}$ 滤纸等。

3、试剂

① $\text{HCl} + \text{H}_2\text{O}$ (1+3)

② $\text{NH}_4\text{OH} + \text{H}_2\text{O}$ (1+1)

③ 4.2% 草酸铵饱和液。

④ 0.05mol/L KMnO_4 溶液：称 1.6g KMnO_4 溶于 100ml 蒸馏水中，煮沸约 10~15min，冷却过夜，过滤标定（滤去所生成的 MnO_2 ），贮存于棕色瓶中。

⑤ KMnO_4 溶液的标定：称 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.1g 溶于 50ml 蒸馏水中，加硫酸溶液 (1+3) 10ml，加热至 $75\sim 85^\circ\text{C}$ ，趁热用 KMnO_4 溶液滴定至呈粉红色，且 1min 内不褪色为止，滴定完溶液温度应在 60°C 以上。

$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{m_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times 1000}{V_{\text{KMnO}_4} \times 134/2}$$

4、测定步骤

① 盐酸溶解灰分

在测定灰分的坩埚内加入 40ml HCl (1+3) 和几滴浓硝酸，然后把溶液移入 50ml 烧杯中，煮沸，随即过滤入 250ml 容量瓶中，用热蒸馏水充分洗涤烧杯、坩埚及漏斗中滤纸，冷却后，加水定容，此溶液可作钙和磷的分析用。同时进行一个试剂空白试验。

② 草酸钙的沉淀

从容量瓶中准确吸取试样分解液 20ml 于 500ml 的烧杯中，加入 100ml 蒸馏水，滴加 2 滴甲基红指示剂，使溶液呈红色，再滴加 NH_4OH (1+1) 溶液，使溶液呈桔黄色或橙色 (pH 约 5.6)。然后加数滴 (1+3) HCl 使溶液呈粉红色 (pH 2.5~3)，搅拌均匀并煮沸。徐徐加入热的饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 10ml [边搅拌边加，如此时溶液由红色转橙色，则须再加 HCl (1+3) 使其转为红色]，继续煮沸 3~4min，使沉淀颗粒增大，不至在过滤时损失，然后静置过夜。

③ 沉淀的洗涤：

将上述溶液用定性滤纸过滤，用 1:50 NH_4OH 洗净氯离子和草酸铵。洗涤沉淀时，应自滤纸的边缘向中间冲洗，使沉淀集中在滤纸的中心，避免损失。在每次洗涤时，必须待上一次的洗液全部滤净后，才能再添加。每次所用的稀 NH_4OH 溶液均不应超过滤纸容积的 2/3。

草酸铵是否洗净的检测：用滤液少许，加几滴 $\text{H}_2\text{SO}_4(1+3)$ 并加热至 $80\sim 90^\circ\text{C}$ ，加入 0.05mol/L KMnO_4 溶液 1 滴，如红色 30 秒内不消失，即证明已无草酸铵存在。

④沉淀的溶解与滴定

沉淀洗净后，将滤纸移入原来沉淀的烧杯中，用玻璃棒将滤纸捣碎，加入 $\text{H}_2\text{SO}_4(1+3)$ 溶液 10ml，再加蒸馏水约 50ml，加热至 $75\sim 85^\circ\text{C}$ ，以 0.05mol/L KMnO_4 标准溶液滴定至溶液呈微红色。记录所用 0.05mol/L KMnO_4 的体积 (V)。

按②③④的测定步骤，同时进行空白溶液的测定。

5、计算

1ml 的 1mol/L KMnO_4 相当于 20mg 的钙

$$\text{Ca}\% = \frac{N(V - V_{\text{空}}) \times 0.02}{m_{\text{样}}} \times \frac{250}{20} \times 100\%$$

6、注意事项

①吸取样品分解液的量由样品中含钙量决定，一般采用滴定的 KMnO_4 量为 20ml 左右。

②沉淀时应加入足够的草酸铵溶液，以免引起负的误差。

③ KMnO_4 溶液不稳定，至少每个月要标定一次。

④每种滤纸本底不同，消耗的 KMnO_4 量也不同，至少每盒滤纸作一次空白测定。

⑤精密度：

钙含量在 5% 以上，允许相对偏差为 3%；

钙含量在 1~5%，允许相对偏差为 5%；

钙含量在 1% 以下，允许相对偏差为 10%。

(二) 改进的 EDTA 法

1、测定原理

钙离子在碱性溶液中与 EDTA 络合置换出钙红指示剂，而使溶液变成纯蓝色以指示终点。用三乙醇胺和盐酸羟胺消除其他金属离子干扰，可快速测定钙含量。

2、仪器设备

电子天平、移液管、滴定管、三角烧瓶、容量瓶等

3、试剂

① 20% NaOH 溶液

② 1:1 三乙醇胺溶液

③ 盐酸羟胺

④ 钙红指示剂 (络兰黑 R)：称 1g 固体络兰黑 R 加入 99g 氯化钠。在研钵中研细、混匀后，置于磨口瓶中保存备用，时间不得超过半年。

⑤ 孔雀绿指示剂：称孔雀绿 0.1g 溶于 100ml 蒸馏水中。

⑥ 0.01mol/L EDTA 溶液：称 3.6g EDTA 于 250ml 烧杯内，加蒸馏水 100ml，微热促溶，定容至 1000ml。

EDTA 溶液的标定 将 CaCO_3 置 105°C 烘箱中, 干燥 2 小时。冷却 30min 后, 称 0.2498g 放入 250ml 烧杯中, 加 2mol/L 盐酸溶液 15ml, 微热促溶, 定容至 100ml。即得含钙 1mg/ml 的标准溶液。吸取此标准溶液 10ml, 加入少许钙红指示剂, 用 10% NaOH 溶液调 pH 至 12。用 EDTA 溶液滴定, 计算 EDTA 标准溶液的浓度为

$$\text{钙的滴定度 } T = \frac{1\text{mg/ml} \times 10\text{ml}}{V_{\text{EDTA}}(\text{ml})} \quad (\text{Ca.mg/ml})$$

4、操作步骤

①样品的分解液同高锰酸钾法。

②滴定: 用移液管吸取样品溶液 10ml 于 150ml 三角瓶中, 加入 1: 1 三乙醇胺溶液 2ml, 再加蒸馏水 50ml 和 1 滴孔雀绿指示剂。滴加 20%NaOH 溶液至溶液呈无色 (PH 为 12), 再加此 NaOH 溶液 2ml, 立即加约 0.1g 盐酸羟胺和少量钙红指示剂, 且立即用 0.01mol/L EDTA 溶液滴定, 溶液由紫红变为纯蓝即为滴定终点。

5、结果计算

$$\text{Ca}\% = \frac{T \times V_{\text{EDTA}}}{W_{\text{样}} \cdot \frac{10}{250} \times 1000} \times 100\% =$$

二、磷的测定

(一) 钼兰比色法

1、测定原理

饲料中的磷经灰化后, 成为各种金属的磷酸盐, 用盐酸溶解, 使磷在酸性溶液中与钼酸铵结合成钼酸磷铵 (黄色晶体), 钼酸磷铵遇还原剂 (对氢醌) 即变成“钼兰”的蓝色物质。因为这种颜色的深浅与溶液中磷的含量成正比例, 所以可用比色计测出样品中磷的含量。

2、仪器设备

分光光度计、吸管、容量瓶等

3、试剂

①钼酸铵溶液 将 25g 钼酸铵溶于 300ml 蒸馏水中, 另将 25ml 浓 H_2SO_4 徐徐加入 100ml 蒸馏水内, 冷却后稀释至 200ml, 并全部加入 300ml 的钼酸铵溶液中, 混合后贮存于棕色瓶内备用。

②0.5%对氢醌 (对苯二酚) 溶液 是还原剂, 本身易被氧化。将 0.5g 对氢醌溶于 100ml 蒸馏水内, 加入一滴浓 H_2SO_4 , 可使氧化作用减慢。(要于每次试验前配制, 装于棕色瓶)。

③20%亚硫酸钠溶液 是缓冲液, 将 20g 亚硫酸钠溶于 100ml 蒸馏水中 (此液应在用前配制, 否则使钼兰溶液可能发生浑浊)。

④标准磷酸溶液 称 0.4389g 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) (纯净, 经 105°C 烘箱干燥 2 小时), 溶于 1000ml 蒸馏水内, 可加少许氯仿以增加保存时间。此溶液中每 ml 含磷 0.0999mg。应用时再稀释 10 倍, 使每 ml 含 P 相当于 $10\mu\text{g}$ 。

4、操作步骤

①标准曲线的绘制

A、取 25ml 容量瓶 12 只，分别编号为 0, 1, 2, 3, ……11, 在各瓶中依次加入 0ml, 0.5ml, 1ml, 2ml, 4ml, 6ml ……的标准磷酸溶液（零号管不加）。

B、再于每只容量瓶中依次加入下列试剂 钼酸铵溶液 4ml；20%亚硫酸钠溶液 2ml；0.5%对氢醌溶液 2ml。

C、依次加蒸馏水稀释至刻度线，摇匀，静置半小时后，以零号管为空白，在分光光度计上用波长 650 纳米（nm）比色。

D、记下各号容量瓶不同浓度的标准液的光密度，列表并在座标纸上绘成曲线。

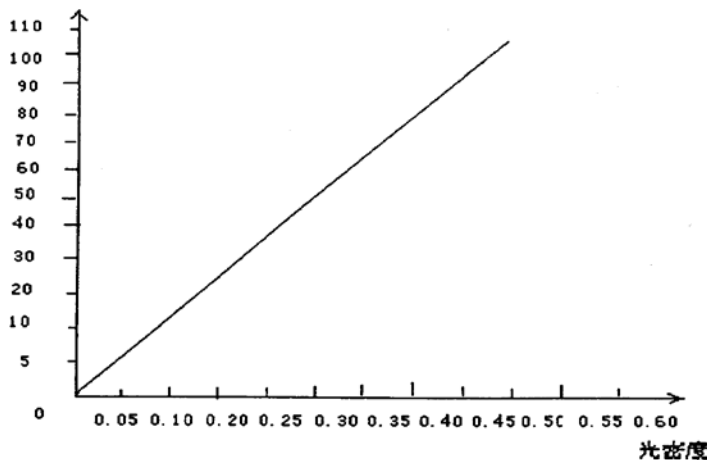
磷标准曲线绘制

瓶号	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
项目												
标准液取量 (ml)	0	0.5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
稀释容量 (ml)	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
25ml 中含磷量 (μg)	0	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
光密度	0	0.025	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.30	0.35	0.40	0.45	0.51

②样品中磷的测定

A、准确移取 1-2ml 待测试液于 25ml 容量瓶中，并依次加入钼酸铵溶液 2ml，亚硫酸钠溶液 1ml，对氢醌溶液 1ml。

B、加蒸馏水稀释至刻度、摇匀，静置半小时后，以蒸馏水为空白进行比色（仍用波长 650nm），用所得的光密度，在标准曲线上找出供试液中磷的含量。



③计算

$$\text{样品中磷含量}\% = \frac{a}{m_{\text{样}}} \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1}{10^6} \times 100\%$$

V_1 : 试样分解液总体积 (250ml)

V_2 : 比色测定时所移取试样分解液体积 (ml)

a: 所测光密度在标准曲线上查出的磷含量 (μg)

(二) 钼黄比色法

1、测定原理

将样品中有机物破坏（灰化），磷在酸性溶液中与钼钼酸铵生成黄色 $(\text{NH}_4)_4\text{PO}_4\text{NH}_4\text{V}_3\text{16MoO}_3$ ，在波长 420nm 下进行比色测定。

此法测得为总磷，包括动物难以吸收的植物磷。

2、仪器设备

分光光度计、吸管、容量瓶等。

3、试剂

①标准磷酸溶液：称0.2195g KH_2PO_4 (经 105°C 干燥处理2小时)，溶于1000ml容量瓶中，加3ml浓硝酸，用蒸馏水稀释至于刻度，即为50ug/ml标准磷酸溶液。

②显色剂：取1.25g偏钒酸铵(NH_4VO_3)溶于约300ml蒸馏水中，加250ml浓硝酸。另外，取50g钒酸铵，加入400ml水溶解，在冷却条件下倒入上溶液，再用蒸馏水定容至1000ml，避光保存，如有沉淀生成，则不能使用。

4、测定步骤

①绘制标准曲线

②样品中磷的测定同“钼兰”法，所不同的是

- A. 加显色剂为5ml；
- B. 吸取测钙时的供试液5~10ml；
- C. 试剂加完，稀释摇匀后静置10min测定；
- D. 测定的波长用420nm。

5、计算

$$\text{磷}\% = \frac{a}{m_{\text{样}}} \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1}{10^6} \times 100\%$$

(三)注意事项

- 1、比色时，待测液中的磷含量不宜过浓，最好控制在0.5mg/ml以下。
- 2、取比色液时，勿将消化液底层的硅酸及其浑浊物吸入以免妨碍比色。
- 3、采样液时，所用吸管必须用已校正过的大胖吸管。
- 4、做标准曲线时所用容量瓶必须与稀释供试液时所用的大小要一致。
- 5、精密度：
 - 磷含量在0.5%以上，允许相对偏差为5%；
 - 磷含量在0.1~0.5%，允许相对偏差为10%；
 - 磷含量在0.1%以下，允许相对偏差为20%。

实验九 饲料中氯化物的测定

一、测氯离子法

(一) 硝酸银滴定法

1、测定原理

在中性溶液中，氯化物与硝酸银作用，生成难溶于水的白色沉淀； $\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \rightarrow \text{AgCl}$ (白色)。当溶液中的氯离子与硝酸银完全作用后，硝酸银稍有过量即与指示剂铬酸钾作用，生成砖红的铬酸银沉淀。

$2\text{AgNO}_3 + \text{K}_2\text{CrO}_4 \rightarrow \text{Ag}_2\text{CrO}_4 + 2\text{KNO}_3$ 即为滴定终点。

(Ag_2CrO_4 为砖红色)

2、仪器设备

鱼粉，烧杯，三角烧瓶，滴定管（酸式）等

3、试剂

① 0.100mol/L 硝酸银溶液 准确称取经 105°C 烘箱干燥 2 小时的硝酸银 16.9870g 置于烧杯中，用少量蒸馏水溶解后定量地移入 1000ml 容量瓶中，定容，摇匀后贮于棕色瓶内。

② 5% 铬酸钾 5g 铬酸钾溶于少量水，再定容到 100ml。

4、测定步骤

称样品 5.0g 置于 200ml 烧杯中，加入蒸馏水 100ml 充分搅拌，静置半小时后，取上清液 10ml 于三角烧瓶中，加约 10~20ml 蒸馏水，再加入 5% 铬酸钾溶液 1ml，混匀。然后用 0.1mol/L 硝酸银溶液滴定，使溶液由无色到刚刚出现砖红色为终点，记录 0.1mol/L 硝酸银溶液的 ml 数 (V)。

5、计算

$$\text{NaCl}\% = \frac{0.1 \times V \times 58.45}{m_{\text{样}} \times \frac{10}{100} \times 1000} \times 100\%$$

(二) Volhard 法

1、测定原理

在含有氯离子的样品溶液中，加入过量的 AgNO_3 溶液，生成白色的 AgCl 沉淀，剩余的 AgNO_3 用硫氰酸钾（或硫氰酸铵）标准液滴定至终点（以硫酸铁铵为指示剂，呈微红色即达终点），根据消耗的硫酸铵的量，计算出含氯化物的量。

2、仪器设备

电子天平、量筒、三角瓶、滴定管、移液管、洗瓶等

3、试剂

① 6mol/L 硝酸 取 400ml 浓硝酸（比重 1.40）用蒸馏水稀释至 1000ml。

② 0.100mol/L 硝酸银溶液（配制方法同前）

③ 0.100mol/L 硫氰酸钾（或硫氰酸铵）溶液：取硫氰酸钾约 10g，溶于 1000ml 蒸馏水，摇匀，标定。

标定方法 取 25.0ml 0.1mol/L 硝酸银溶液于 250ml 三角瓶中，加入 3ml 新煮

沸的 6mol/L 硝酸，1ml 硫酸铁铵指示剂，强烈摇动，用 0.100mol/L 硫氰酸钾溶液滴定，待溶液刚出现橙红色，且经剧烈振动，又不消失时即为终点，计算：

$$N_{\text{KCNS}} = \frac{0.1 \times 25}{V_{\text{KCNS}}}$$

④30%硫酸铁铵指示剂：称 35g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ，482.22，又称铁铵矾]溶解于 100ml 蒸馏水中，加入 6mol/L 硝酸 20ml，煮沸，贮于棕色瓶中。

4、操作步骤

①称样品 0.2~2.0g（样品的多寡取决于含盐量，以耗用 0.1mol/L 硫氰酸钾标准液 10ml 左右为宜）置于 250ml 三角瓶中，加蒸馏水 50ml；加入 0.100mol/L AgNO_3 溶液 25.0ml，再加入浓硝酸（比重 1.40）10~20ml，在通风柜中加热，煮沸 15min，样品分解液中的氯与 AgNO_3 生成白色沉淀。

②滴定：消化液冷却后加 50ml 蒸馏水，25ml 丙酮和 2ml 硫酸铁铵指示剂；然后用 0.1mol/L 硫氰酸钾标准溶液滴定，至出现微红色，且摇动不再褪色为终点，记录硫氰酸钾消耗量 ml 数(V)。

同时作一个不加样品的空白试验。

5、计算

$$\text{Cl}^- \% = \frac{(V - V_{\text{空}}) \cdot N_{\text{KCNS}} \times 35.50}{m_{\text{样}} \times 1000} \times 100\%$$

$$\text{NaCl} \% = \frac{(V - V_{\text{空}}) \cdot N_{\text{KCNS}} \times 58.45}{m_{\text{样}} \times 1000} \times 100\%$$

二、钠离子检测法——原子吸收光谱仪（观摩教学）

实验十 饲料中热能的测定

一、测定原理 根据热力学第一定律：一个热反应中，只要反应的始态与终态一定，其热效应为定值。因此，等量的营养物在完全氧化时，在体内、体外产生的热量是相同的。

将已知重量的样品，放在充有纯氧的氧弹中燃烧，燃烧时所产生的热经氧弹传到周围的水中，由搅拌使水温均匀一致，使用高度精确的贝克曼温度计测出水的温度变化，并乘以热量即得出该样品的热值。但因受多种因素的影响，如点火丝燃烧热，内外筒水的热交换，酸的生成热和溶解热，还有贝克曼温度计毛细管孔径大小等，必须经过一系列校正后才为该样品真正的热值。

二、仪器设备

GR3500 氧弹式热量计、压样机、弹头座、氧气钢瓶、氧气减压器、滴定管（碱式）、量筒等。

三、试剂

- 1、苯甲酸
- 2、0.1mol/L NaOH 溶液
- 3、1%酚酞酒精溶液：溶 1g 酚酞于 95%酒精 50ml 中，溶解完后加蒸馏水 50ml，滴加 0.02mol/L NaOH 至微红色。

四、测定步骤

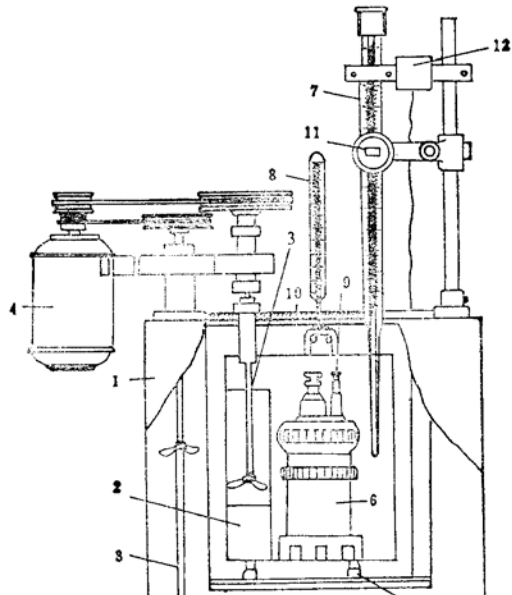
1、样品准备 取样品约 1g，用水拌湿，用压样机压成块状，压的强度要适当。105℃干燥处理 2 小时，取出置于干燥器内冷却半小时后，准确称量。

2、点火丝及点火电流的确定 将点火丝剪成 10cm 长度，称得 10~20 根总重量，求出每根的重量，再计算出 1cm 点火丝的含热量。取一根点火丝，把两端分别接在弹头的两个电极柱上，接通电源，调节控制箱上的可变电阻，使点火丝刚好变红而不断掉时的电流即为点火电流。

3、坩埚的准备 将坩埚洗涤、烘干、灼烧、冷却。

4、点火丝的连接

将坩埚置于氧弹中的支架上，放入样品块。把接在电极两端的点火丝用小镊子镊成“V”型，尖端与样品块轻触，注意勿使点火丝接触坩埚。



CR-3500型氧弹式热量计示意图

1.外壳； 2.量热容器； 3.搅拌器； 4.搅拌马达； 5.绝热支柱； 6.氧弹；

7.贝克曼温度计； 8.工业用玻璃套温度计； 9.电极； 10.盖子； 11.放大镜； 12.电动振动装置

5、氧弹 向氧弹中加入 10ml 蒸馏水以便溶解氮和硫的化合物，小心拧紧氧弹盖（勿受震动），接上氧气导管充气，先充入氧气 $5\text{kg}/\text{cm}^2$ ，慢慢排气，排尽氧弹中空气，关紧氧弹上针形阀。再慢慢在氧弹中充气达 $20\text{kg}/\text{cm}^2$ 。

6、内外筒灌水 外筒一般预先灌好蒸馏水（约离上缘 $1.5\sim 2\text{cm}$ ），内筒水在灌入前要先用冰块（冰水）调节至比外筒水温低 $0.7\sim 1.0^\circ\text{C}$ ，然后称量 3000g（或用容量法，但须用温度变化进行修正）灌入内筒，并将内筒放入外筒内的绝缘支架上，然后将氧弹放入内筒内中固定的地方，若有气泡出现，则氧弹漏气，需重新充气。

7、贝克曼温度计的调节 将贝克曼温度计用热水（太低）或冰块（太高）调至 $2\sim 3^\circ\text{C}$ 为好。

8、准备实验 装上内筒搅拌器的螺旋浆，并用手转动叶片，不可与内筒壁相接触、将点火线与氧弹头上的两个电极连接好。安装贝克曼温度计应使水银球位于氧弹一半高度处。最后盖好外筒盖子。

9、实验开始

整个实验分为三期：

①**初期** 样品燃烧前阶段。这一阶段主要观察和记录周围环境与量热体系在测试开始温度下的热交换关系。打开总电源和内外筒搅拌器，同时把振动按到一分钟一次，每隔一分钟读取温度一次，共读取六次，得出五个温度差（即五个间隔数）。

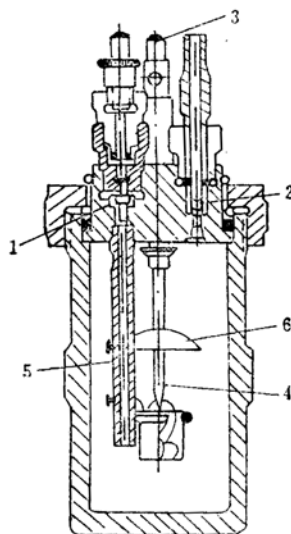
②**主期** 样品燃烧阶段。产生的热量经氧弹传到周围的水中，使水温急剧上升。由开始的内筒水温低变为内筒水温高。

在初期的最末一次读取温度的瞬间，按电钮点火（指示灯红一灭，约 $1\sim 2$ 秒），若指示灯不灭，慢慢将电流再调大，直至指示灯灭了为止。然后开始每隔半分钟读取主期温度，最初几次温度快速上升，可只读到 0.01°C ，待温度上升速度减慢后再恢复读到 0.001°C ，直至温度不再上升而开始下降的第一次温度为止，这一阶段为主期。

③**末期** 这一阶段的目的是与初期相同，是观察测试终了温度下热交换关系。在主期读至于最后一次温度后，每一分钟读取温度一次，（约共读取 10 次作为末期）直至温度停止下降为止。

10、实验结束 停止搅拌，关好总电源，取下贝克曼温度计和搅拌器螺旋浆后，取出内筒和氧弹。开启氧弹上的放气阀，缓缓放气（在 5min 左右放尽），拧开氧弹盖，检查弹筒和坩埚内部，若有样品燃烧不完全的现象（黑或样品微粒），此实验无效。若无此现象，则找出未燃尽的点火丝，并量出其长度，以计算实际消耗量。用热蒸馏水冲洗弹内各部件、坩埚，将全部洗弹液收集于 300ml 烧杯中，洗弹液量应为 $150\sim 200\text{ml}$ 。用干布擦净氧弹的内外面，最好用热风吹干。

11、洗弹液的滴定 将盛洗弹液的烧杯加盖，煮沸 5min，加 2 滴 1% 酚酞指



GR—3500型氧弹纵剖面图

- 1.充氧阀门； 2.放氧阀门； 3.电极；
4.坩埚架； 5.充气管； 6.燃烧挡板

示剂，以 0.1mol/L 氢氧化钠溶液滴到粉红色出现，并保持 5min 不褪色为止。

五、结果计算

$$Q = \frac{[(T+h) - (T_0+h_0) + \Delta t] k - gb - 1.43c}{m_{\text{样}}}$$

Q: 样品的热值(卡/克或千卡/千克)

T: 直接观测到的主期的最终温度

H: 温度为 T 时对温度计刻度的校正

T₀: 直接观测到的主期最初温度

h₀: 温度为 T₀时对温度计刻度的校正

Δt: 热量计热交换校正值，用奇特公式计算：

$$\Delta t = \frac{V_1 + V}{2} m + V_1 r$$

式中：V: 初期温度变率（以半分钟为间隔）

V₁: 末期温度变率

m: 在主期中每半分钟温度上升不小于 0.3℃ 的间隔数，第一个间隔不管温度升多少都计入 m 中

r: 在主期每分钟温度上升小于 0.3℃ 的间隔数，算到温度下降的一个间隔数。

g: 点火丝的燃烧热(卡/克)

b: 实际消耗的点火丝的重量

1.43: 硝酸的生成热和溶解热，相当于 1ml 0.1mol/L NaOH 溶液

c: 滴定洗弹液所消耗 0.1mol/L NaOH 的 ml 数。

Δ: 两个平行样品的测定允许相差不超过 30 卡/克

六、水当量的测定

所谓水当量就是水温升高 1 个单位所需要的热量（卡/度）。

3、试验材料

① 苯甲酸：已知热值

② 点火丝康铜：热值 750 卡/克

4、操作步骤

① 苯甲酸的准备：用研钵研细苯甲酸，放在 105℃ 烘箱中干燥 2 小时，也可放在盛有浓硫酸的干燥器中干燥 3 天。取苯甲酸约 1.0~2.0g，用压片机压成块状，准确称重，装入氧弹的坩埚内。

② 其他测定步骤同样品测定。

5、测定结果

① 计算公式：

$$K = \frac{Qm + gb + 1.43c}{H[(T+h) - (T_0+h_0)] + \Delta t}$$

K: 热量计的水当量 (g) (大约 3450 克)

Q: 苯甲酸的热值 (卡/g)

m: 苯甲酸的重量 (g)

H: 贝克曼温度计上每一度相当于实际温度的度数 (一般特制的热量计温度计的 $H=1.000^{\circ}\text{C}$)

②记录及计算示例:

室内温度: 22.3°C

外筒温度: 22.5°C

内筒温度: 21.8°C

所用苯甲酸的热值为 6329 卡/g

所用点火丝的热值为 750 卡/g(康铜)

其所读取的各期温度为:

	时间 (1min)	温度	
	0	0.848	
	•	•	
	•	•	
	•	•	
初期	4	0.850	
	•	•	
	•	•	
	•	•	
	10	0.853	
	时间 (半分钟)		
	11	1.09	m=3 次
	12	1.93	
	13	2.39	
	14	2.61	
	15	2.72	
	16	2.73	
主期	17	2.81	
	18	2.837	
	19	2.849	r=12 次
	20	2.856	
	21	2.860	
	22	2.861	
	23	2.862	
	24	2.862	
	25	2.831	
	时间 (1min)		
	26	2.860	
末期	•		
	•		
	•		

30	
•	2.855
•	
•	
35	2.851

$$V = \frac{0.848 - 0.853}{10} = -0.0005$$

$$V_1 = \frac{2.861 - 2.851}{10} = 0.0010$$

$$\Delta t = \frac{-0.0005 + 0.0010}{2} \times 3 + 0.001 \times 12 = 0.01275$$

$$m = 1.1071 \text{g}$$

$$gb = 8 \text{ 卡}$$

$$C = 4.01 \text{ml (查表得知: } h, h_0 \text{ 为零)}$$

$$K = \frac{6329 \times 1.107 + 8 + 1.43 \times 4.01}{2.861 - 0.853 + 0.012} = 3477 \text{(g)}$$

4、水当量的测定结果不得少于 5 次，每两次间的误差不应超过 10g，若前四次间的误差不超过 5g，就可省去第五次测定。然后取其平均值。

七、氧弹式热量计测定条件

1、测热室最好设一单独房间。保持室温恒定，无强烈空气对流，避免热源。阳光直射，电风及开门窗。

2、氧气要纯净，不能用电解氧。充氧部件必须无油脂存在，否则必须先用乙醚或酒精洗擦干净。

3、氧弹及氧气管，每年须进行一次水压试验，试验压应不小于 200 个大气压。

4、水当量一般一个季度测定一次（一般为 3450 卡/度）。