



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

饲料分析与质量检测技术

主讲教师：张克英 贾刚 曾静康 吴秀群



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

实验一

饲料分析样品的采集、制备



实验目的

- 掌握“四分法”、“几何法”饲料样品采集的原理与操作。
- 掌握饲料分析样品的制样方法。



一、饲料采样基本方法

1. 四分法

- 将样品倒在清洁、光滑、平坦的桌面或光面硬纸上，充分混匀后将样品摊成平面正方形；
- 然后以两条对角线为界分成四个三角形，取出其中两个对角三角形的样品；
- 剩下的样品再按上述方法反复缩分，直至最后剩下的两个对顶三角形的样品接近平均样品所需的重量为止。



2. 几何法

- 指把整个一堆饲料看成一中具有规则的几何立体，如正方体、圆柱体等。
- 取样时首先把这个立体分成若干体积相等的部分，这些部分必须全部在全体中均匀分布，即不只是在表面或只是在一面。从这些部分中取出体积相等的样品，这些部分的样品成为支样；
- 再将这些支样混合即得样品。



二、饲料的采样

1. 谷实类、糠麸、混合饲料类饲料采样

- 对于散装产品，尽可能地在装或卸时采样；
- 如果产品是直接装到料仓或仓库中，则尽可能地在装入时取样。





1.1 从散装产品中采样

- 如果是从堆状等散装产品中取样，根据最少份样数，决定本次取样的份样数；
- 然后，根据几何法原则，随机选取每个份样的位置，这些位置既覆盖产品的表面，又包括产品的内部，使该批次产品的每个部分都被覆盖。
- 在产品流水线上取样时，根据流动的速度，在一定的时间间隔内，人工或机械地在流水线的某一截面取样。



1.2 从袋装产品中采样

- 如果是在密闭的包装袋中采样，采样时，使用取样器。份样按照几何法原则可以是包装物的整个深度，或是表面、中间、底部这三个水平。
- 采样时，不管是水平还是垂直，都必须经过包装物的对角线。
- 在采样完成后，将包装袋上的采样孔封闭。



2.单相液体或搅拌均匀的籽实或粉末

- 可以依据几何法采取一部分作为分析样本。
- 如果是袋装样品；10袋以下每袋取；10-100袋，随机选取10袋；100袋以上，从10个包装单位取样，每增加100个包装单位，需补采3个单位；
- 采回的样品再“四分法”缩减。



3.青饲料、青贮、干草藁秆

①“几何法”、②“四分法”

4.块根、块茎和瓜类饲料

- 一般的块根、块茎饲料 10-20个、马铃薯（土豆）50个、胡萝卜（红萝卜）20个、南瓜 10个；
- 洗净后，用布擦去表面水分，切碎后，用“四分法”再进行分析用的样本的制备手续。



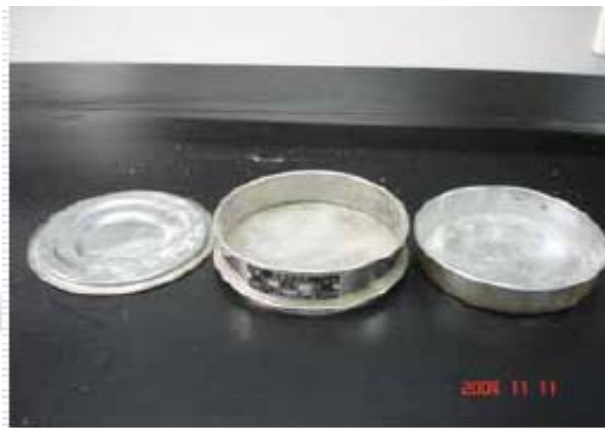
采集的样品还应进行详细描述，一般包括以下项目：

- (1) 样品名称（包括一般名称，学名，俗名）；
- (2) 生长期； (3) 收获期； (4) 贮存条件；
- (5) 外观性状； (6) 混杂度； (7) 采集部位；
- (8) 原料或辅料的比例； (9) 加工方法；
- (10) 出厂时间； (11) 等级及容量；
- (12) 成熟程度； (13) 分析人和采样人。



2. 样品的制备

- 样品的制备指将**原始样品**或次级样品经过一定的处理成为**分析样品**的过程。
- 样品制备方法包括**烘干、粉碎和混匀**，
- 制备成的样品可分为**半干样品**和**风干样品**。





2.1 风干样品的制备

- 风干饲料是指自然含水量不高的饲料，一般含水在15%以下，如玉米、小麦等作物子实、糠麸、青干草、藁秕、配合饲料等。
- 风干样品的制备过程包括3个过程：**原始的样品的采集；次级样品的采集；分析样品的制备。**



2.2 半干样品的制备

- **半干样品**是由新鲜的青饲料、青贮饲料等制备而成。这些新鲜样品含水分高，占样品质量的70% ~ 90%，不易粉碎和保存。
- 除少数指标如胡萝卜素的测定可直接使用新鲜样品外，一般在测定饲料的**初水**含量后制成半干样品，以便保存，供其余指标分析备用。



- **初水**是指新鲜样品在60~65℃的恒温干燥箱中烘8~12h，除去部分水分，然后回潮使其与周围环境条件的空气湿度保持平衡；
- 去掉初水分之后的样品为**半干样品**。
- 半干样品的制备包括烘干、回潮和称恒重3个过程。最后，半干样品经粉碎机磨细，通过1.00~0.25mm孔筛，即得**分析样品**。



草料或谷类青贮饲料样品制备

- 如可能将全部的实验室样品通过机械磨，或尽可能将其切碎，将其充分混合后将至少100g试样转入样品容器；
- 如果此实验室样品无法通过机械磨或不能被充分切碎，则使其尽可能充分混合，然后按ISO 6496的方法测定水分含量。将此实验室样品干燥(例如在60℃~70℃带鼓风的电热烘箱中过夜)，然后将样品通过机械磨；
- 将样品充分混合后将至少100g样品放入样品容器内。



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

实验二

饲料常规成分分析



目 录

- 一、饲料干物质测定
- 二、饲料粗蛋白测定
- 三、饲料粗脂肪测定
- 四、饲料粗灰分测定
- 五、饲料粗纤维测定
- 六、饲料总能测定



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

一、饲料干物质测定



实验目的

- 掌握用烘箱干燥法测定饲料中干物质含量的基本原理及操作技能;
- 了解烘箱干燥法的不足



实验原理

试样在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱内，在大气压下烘干，直至恒重，恒重试样的重量即为干物质的量。

本方法适用于测定配合饲料和单一饲料中干物质含量，用作饲料的奶制品、动物和植物油脂、矿物质除外。



仪器设备

粉碎机

分样筛：孔径：0.45mm（40目）

分析天平：感量：0.0001g

电热式恒温烘箱：可控制温度为 $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$

称样器：玻璃或铝制，直径 $>40\text{mm}$ ，高度 $<25\text{mm}$

干燥器：用变色硅胶或氯化钙做干燥剂





实验步骤

清洗称量皿→烘至恒重→称取样品→放入调好温度的烘箱（100~105℃）→烘1.5小时→于干燥器冷却→称重→再烘0.5小时→称至恒重（两次重量差不超过0.002g即为恒重）→称恒重。



结果计算

$$\text{干物质 (\%)} = \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100$$

式中： w_0 ： 已恒重的称样器重， g；

w_1 ： 105℃烘干前试样及称样器重， g；

w_2 ： 105℃烘干后试样及称样器重， g。



注意事项

重复性:

每个试样，应取两个平行样进行测定，以其算术平均值为结果。两个平行样测定值相差不得超过0.2%，否则重做。



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

二、饲料粗蛋白测定



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

实验目的

掌握凯氏定氮法测定饲料粗蛋白的原理；

掌握用凯氏定氮法测定饲料粗蛋白的操作方法。



实验原理 (凯氏法)

凯氏法测定试样中的含氮量，即在催化剂作用下，用硫酸破坏有机物，使含氮物转化成硫酸铵。加入强碱进行蒸馏使氨逸出，用硼酸吸收后，再用酸滴定，测出氮含量，将结果乘以换算系数6.25，计算出粗蛋白含量。

本法适用于配合饲料、浓缩饲料和单一饲料中粗蛋白含量的测定。



仪器设备

实验室用样品粉碎机或研钵

分样筛： 孔径0.45 mm(40目)

分析天平： 感量0.0001 g

消煮炉或电炉

滴定管： 酸式， 10， 25 mL

锥形瓶： 150， 250 mL

容量瓶： 100m L

消煮管： 250 mL

凯氏烧瓶： 250 mL

凯氏蒸馏装置： 常量直接蒸馏式或半微量水蒸气蒸馏式

定氮仪： 以凯氏原理制造的各种类型半自动， 全自动蛋白质测定仪





实验步骤

① 试样的消煮

称取0.5~1g（含氮量5~80mg）样品 → 无损放入凯氏瓶
→ 加入硫酸铜、硫酸钾、浓硫酸和2粒玻璃珠 → 置
于电炉上小火加热 → 待样品焦化，泡沫消失 → 加大
火力（360~410℃） → 直到样品成透明的蓝绿色 → 继
续加热至少2小时。



②氨的蒸馏（半微量水蒸汽蒸馏法）

冷却试样消煮液（大约30min）→加水，转入100mL容量瓶，冷却后用蒸馏水定容 →取硼酸溶液和混合指示剂 →放入锥形瓶中 →浸入蒸馏装置冷凝器末端 →准确称取试样分解液10~20mL →注入蒸馏装置的反应室中 →用少量的水冲洗样品入口处，塞好玻璃塞 →再加入氢氧化钠溶液 →小心拉起玻璃塞放入氢氧化钠于反应室中 →入口处用水封好，防止漏气 →蒸馏4min →冷凝管末端离开吸收液面 →再蒸馏1min →用水清洗冷凝管末端 →停止蒸馏。



③ 滴定

蒸馏后的吸收液立即用盐酸标准溶液滴定，溶液由蓝绿色变成灰红色为终点。



④空白测定

称取与样品等量的蔗糖，代替试样，按上述步骤进行空白测定。

消耗0.1mol/L盐酸标准溶液的体积不得超过0.2mL。

消耗0.02mol/L盐酸标准溶液的体积不得超过0.3mL。



⑤蒸馏步骤检验

精确称取 0.2硫酸铵，代替试样，按上述步骤进行操作，测得硫酸铵含氮量为 $21.19 \pm 0.2\%$ ，否则应检查加碱、蒸馏和滴定各步骤是否正确。



结果计算

$$\text{粗蛋白质}(\%) = \frac{(V_2 - V_1) \times C \times 0.0140 \times 6.25}{m \times \frac{V'}{V}} \times 100$$

式中： V_2 ——滴定试样时所需标准酸溶液体积，mL；

V_1 ——滴定空白时所需标准酸溶液体积，mL；

C ——盐酸标准溶液浓度，mol/L；

m ——试样质量，g；

V ——试样分解液总体积，mL；

V' ——试样分解液蒸馏用体积，mL；

0.0140——每毫克当量氮的克数；

6.25——氮换算成蛋白质的平均系数。

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。

当粗蛋白质含量在 25% 以上时，允许相对偏差为 1%。

当粗蛋白质含量在 10%~25% 之间时，允许相对偏差为 2%。

当粗蛋白质含量在 10% 以下时，允许相对偏差为 3%。



注意事项

蒸馏时要注意两点：

一是反应室里的溶液总体积要控制，也就是说，在冲洗加样口时用水要少，否则反应室溶液体积太大，液面升高，容易喷进冷凝管内。

二是要控制蒸汽量或火力大小，蒸汽量太大也会将反应液喷进冷凝管中；火力太小，蒸馏速度慢，且易发生倒流；蒸汽产生要均匀，防止暴沸；一定要装上蒸汽发生器的安全管，同时加上几粒玻璃珠。



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

三、饲料粗脂肪测定



实验目的

掌握粗脂肪的测定方法及原理。

学会用油重法测定饲料中粗脂肪的含量。



实验原理 (油重法)

饲料的油脂均可溶解于乙醚中，用乙醚反复浸提饲料中的脂肪，并使溶有脂肪的乙醚流集于盛醚瓶，而后将乙醚蒸发，瓶中所剩残渣的重量为饲料的脂肪量。

提取物中除脂肪外还有有机酸，磷脂，脂溶性维生素，叶绿素等，因而测定结果称**粗脂肪**或**乙醚提取物**。

适用于各种单一、混合、配合饲料和预混料粗脂肪的测定。



仪器设备

样品粉碎机或研钵

分析筛孔径：0.45mm（40目）

分析天平 感量：0.0001g

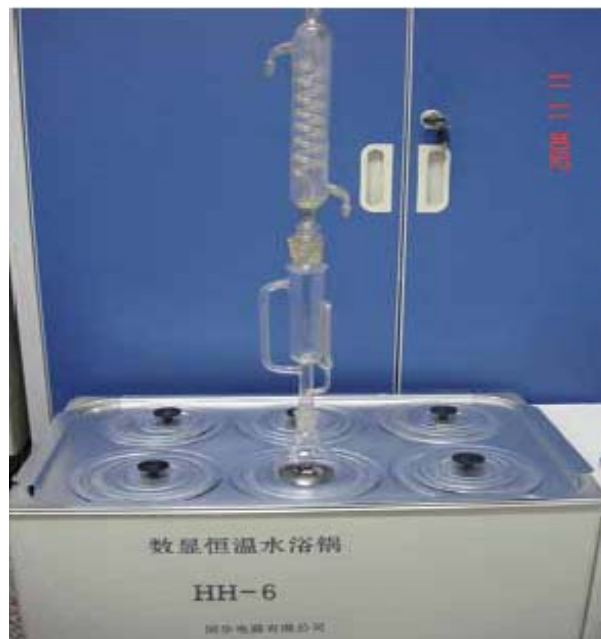
电热恒温水浴锅：室温至100℃

恒温烘箱：50~200℃

索氏脂肪提取器：100或150ml

干燥器：用变色硅胶或氯化钙做干燥剂

滤纸或滤纸筒：中速、脱脂





实验步骤

索氏提取器干燥无水 → 将抽提瓶（内有沸石数粒）在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至恒重（两次称重之差小于 0.0008g ） → 称取试样 $1\sim 5\text{g}$ （精确至 0.0002g ） → 滤纸包好，铅笔标号 → 105°C 下烘为恒重（折算为风干样重） → 将滤纸包放入抽提管 → 在抽提瓶中加入 $60\sim 100\text{mL}$ 无水乙醚 → 于 $65\sim 75^\circ\text{C}$ 水浴加热，使乙醚回流 → 回流次数约 10次/h ，回流约 50次 （含油高约 70次 ） → 取出试样，回收乙醚后，取下抽提瓶在水浴上蒸馏残余乙醚 → 擦净外壁，放入烘箱中烘为恒重 → 称取重量。



结果计算

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

式中：m为试样质量，g；

m_1 为抽提瓶质量，g；

m_2 为盛有脂肪的抽提瓶质量，g。



注意事项

- 1.滤纸筒应高于提取器虹吸管的高度，滤纸包长度应以可全部浸泡于乙醚中为准。
- 2.提取管流出的乙醚挥发后不留油迹为提取终点。

重复性:

每个试样取两平行样进行测定，以其算术平均值为结果。

粗脂肪含量在10%以上(含10%)允许相对偏差为3%

粗脂肪含量在10%以下时，允许相对偏差为5%



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

四、饲料粗灰分测定



实验目的

- 了解粗灰分测定的原理、仪器设备。
- 掌握粗灰分测定步骤与方法、结果与计算。
- 正确使用电炉及高温炉。



实验原理

试料在 550°C 灼烧后所得残渣，用质量百分率来表示。残渣中主要是**氧化物**、**盐类**等矿物质，也包括混入饲料中的**砂石**、**土**等，故称粗灰分。



仪器设备

- 实验室用样品粉碎机或研钵
- 分样筛
- 分析天平
- **高温炉**
- 坩埚瓷质
- 干燥器





实验步骤

- 试样的选取和制备
- 测定步骤

-将干净坩埚放入高温炉，在 $550 \pm 20^\circ\text{C}$ 下灼烧30min。取出，在空气中冷却约1min放入干燥器冷却30min，称其质量。再重复灼烧、冷却、称量，直至两次质量之差小于0.0005g为恒重。

-在已恒质的坩埚中称取2~5g试料(灰分质量0.05g以上)，准确至0.0002g。



- 在电炉上小心炭化，在炭化过程中，将试料在较低温度状态加热灼烧至无烟，而后升温灼烧至样品无炭粒，再放入高温炉，于 $550 \pm 20^{\circ}\text{C}$ 下灼烧3h。取出，在空气中冷却约1min，放入干燥器中冷却至30min，称取质量。
- 再同样灼烧1h，冷却、称量，直至两次质量之差小于0.001g为恒重。



• 结果计算

粗灰分含量(%)按下式计算:

$$\text{粗灰分}(\%) = \left[(m_2 - m_0) / (m_1 - m_0) \right] \times 100$$

式中: m_0 — 恒质空坩埚质量, g

m_1 — 坩埚加试料的质量, g

m_2 — 灰化后坩埚加灰分的质量, g



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

五、饲料粗纤维测定（选作）

——酸碱法



实验目的

- 了解粗纤维测定的原理、仪器设备、试剂。
- 掌握测定步骤与方法。
- 能正确使用高温炉、粗纤维消煮装置、抽滤装置等仪器设备。



实验原理

脱脂饲料样本，经用一定容量和一定浓度的预热硫酸和氢氧化钠溶液煮沸一定时间，继用乙醇处理，这样除去样本中可溶于酸、碱、醇、醚的物质，再减去样本中矿物质量，剩余残渣量即为**粗纤维**。



仪器设备

- 样品粉碎机或研钵
- 分析筛
- 分析天平
- 电热恒温烘箱
- 高温炉
- 消煮器
- **抽滤装置**
- 滤器
- 古氏坩埚
- 干燥器





实验步骤

- 试样的选取和制备
- 酸处理
- 碱处理
- 抽滤
- 烘干、灰化
- 测定结果计算



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

六、饲料总能测定



实验目的

- 了解氧弹测热计的工作原理，氧弹测热法测定饲料燃烧热的操作步骤，计算饲料总能含量。
- 掌握样本饼压制，燃烧丝的安装，贝克曼温度计的调整和读数。



实验原理

根据热力学第一定律，将饲料制备成一定质量的测定试样，装于充有 $(25 \pm 5) \text{ Kg. Cm}^{-2}$ 纯氧氧弹中进行燃烧，燃烧所产生之热量为氧弹周围已知质量的蒸馏水及热量计整个体系所吸收，并由贝克曼温度计读出水温上升的度数。该上升的温度乘以热量计体系和水的热容量之和，即可得出试样的燃烧热（总能）。



仪器设备

- **氧弹式热量计**
- 氧气钢瓶（附氧气表）及支架
- 容量瓶
- 量筒
- 滴定管
- 吸管
- 烧杯





实验步骤

- 试样选取和制备
- 准备工作
 - 称量样品及引火丝的准备
 - 加水及充氧
 - 内外水筒的准备及热量计的安装
- 测定工作（初期、主期及末期）
- 结束工作
- 饲料总能的计算



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

实验三

饲料纯养分分析



实验目的

- 掌握饲料纯养分分析方案的内容；
- 认识该分析方案相对于饲料常规成分分析的优点，掌握饲料纯养分分析的特点，并了解所使用的主要仪器设备的特点。



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

一、钙和磷的测定



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

1. 钙的测定

——高锰酸钾法(仲裁法)



实验目的

通过饲料样品中钙的测定，掌握钙的测定原理和方法。



实验原理

将试样中有机物破坏，钙变成溶于水的离子，用草酸按定量沉淀，用高锰酸钾法间接测定钙含量。



试剂和溶液

- 硝酸
- 高氯酸: 70%~72%
- 盐酸溶液: 1/3 (V/V)
- 硫酸溶液: 1/3 (V/V)
- 氨水溶液: 1/1 (V/V)
- 草酸按水溶液: 42g/L
- 高锰酸钾标准溶液: 0.05mol/L
- 甲基红指示剂: 1g/L



仪器和设备

- 实验室用样品粉碎机或研钵
- 分析筛
- 分析天平
- 高温炉
- 瓷质坩埚
- 容量瓶
- 酸式滴定管



- 玻璃漏斗
- 定量滤纸
- 移液管
- 烧杯
- 凯氏烧瓶



实验步骤

- 试样制备
- 试样的分解
- 试样的测定
 - 草酸钙的沉淀及其洗涤
 - 沉淀的溶解与滴定
 - 空白
- 结果计算



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

2. 磷的测定

——钼黄比色法



实验目的

通过饲料样品中磷的测定，掌握用钼黄比色法测定饲料样品中总磷含量的原理和方法。



实验原理

将试样中有机物破坏，使磷游离出来，在酸性溶液中，钒钼酸铵处理，生成黄色磷-钒-钼酸复合体，在波长420nm下进行比色测定。



仪器和设备

- 实验室用样品粉碎机或研钵
- 分样筛
- 分析天平
- 分光光度计
- 比色皿
- 高温炉
- 瓷坩埚
- 容量瓶



- 移液管
- 三角瓶
- 凯氏烧瓶
- 可调温电炉



实验步骤

- 试样制备
- 试样的分解
- 工作曲线的绘制



- 试样的测定
 - 移取试样分解液
 - 加显色剂
 - 显色、比色
 - 测吸光度
 - 用标准曲线查含磷量
- 结果计算



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

二、饲料氨基酸的分析(选作)



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

色氨酸含量测定

——荧光分光光度法



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

实验目的

掌握荧光分光光度法测定氨基酸含量的原理和操作要点。



实验原理

饲料中蛋白质在酸水解过程中，其色氨酸极易被水解。本法用碱水解蛋白质直接测定色氨酸的天然荧光。在蛋白质水解液中，只有色氨酸和酪氨酸可以检测到荧光。在pH为11时，色氨酸的荧光强度比酪氨酸大100倍，且两种氨基酸的荧光峰相差40nm以上。根据该特点，可在有大量酪氨酸存在下，检测色氨酸的含量。



实验试剂

- 5mol/L氢氧化钠溶液
- 4mol/L尿素溶液
- 50%盐酸
- 0.5g/L溴百里酚蓝水溶液



- 高纯氮
- 辛醇甲苯溶液
- 1mg/mL色氨酸标准贮备液
- 0.2mg/mL色氨酸标准应用液



主要仪器

- 荧光分光光度计
- 减压蒸发器
- 聚四氟乙烯管





实验步骤

- 样品处理
- 样品制备
- 测定
- 标准曲线的绘制



- 计算

$$X = [(c \times f) / m] \times 100$$

X: 色氨酸含量, mg/100g

c: 从标准曲线查色氨酸含量, mg

f: 稀释倍数

m: 样品质量, g



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

三、饲料维生素的分析(选作)



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

维生素C含量测定



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

实验目的

学习和掌握维生素C的定量测定方法。



实验原理

在酸性介质中，维生素C与碘液发生定量氧化还原反应，利用淀粉指示溶液遇碘显蓝色来判断反应终点。



试剂和溶液

- 冰乙酸
- 5g/L淀粉指示溶液
- 碘标准溶液



实验仪器

电子天平、量筒、烧杯、玻璃棒、
电炉、温度计、滴定管、容量瓶等。



实验步骤

- 称样
- 溶解
- 加淀粉指示溶液
- 滴定、显色
- 结果计算



维生素C ($C_6H_8O_6$) 含量 X_1 ，以质量分数 (%) 表示，计算如下：

$$X_1 = [(c \times V \times 0.08806) / m] \times 100$$

C: 碘标准溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)

V: 样品消耗碘标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)

m: 试样质量，单位为克 (g)

0.08806: 每毫升 1mol/L 碘标准溶液相当 0.08806g 的维生素C



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

实验四

饲料加工质量监测



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

一、饲料混合均匀度的测定



实验目的

掌握饲料混合均匀度测定方法和原理。

学会饲料混合均匀度实验室操作技术。



实验原理 (氯离子选择性电极)

本法通过氯离子选择性电极的电位对溶液中氯离子的选择性响应来测定氯离子的含量，以饲料中氯离子含量的差异来反映饲料的混合均匀度。

本法适用于各种配合饲料的质量检测，也适用于混合机和饲料加工工艺中混合均匀度的测试。



仪器设备

氯离子选择性电极

双盐桥甘汞电极

酸度计或电位计：精度0.2mV

磁力搅拌器

烧杯：100 mL, 250 mL

移液管：1 mL, 5 mL, 10 mL

容量瓶：50 mL

分析天平：分度值0.001 g





实验步骤

1. 标准曲线的绘制

吸取氯离子标准液，加入5mL硝酸溶液10mL硝酸钾溶液于50mL容量瓶，用水稀释定容，分别配置成0.50， 1.00， 2.00， 3.00， 6.00， 10.00， 20.00， 30.00 mg/50mL的氯离子标准系列。

以氯离子选择性电极为指示电极，双盐桥甘汞电极为参比电极，用磁力搅拌器搅拌3min(转速恒定)，在酸度计或电位计上读取指示值(mV)，以溶液的电位值(mV)为纵坐标氯离子浓度为横坐标，在半对数坐标纸上绘制标准曲线。



2. 试样的测定

① 称取试样 10g（准确至0.0002 g）置于250mL烧杯中，准确加入100mL水，搅拌10min，静置10 min后用干燥的中速定性滤纸过滤。

② 吸取试样滤液10mL置于50mL容量瓶中，加入5mL硝酸溶液及10mL硝酸钾溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

③ 按标准曲线的操作步骤进行测定，读取电位值，从标准曲线上求得氯离子含量的对应值。



结果计算

以各次测定的氯离子含量的对应值为 $X_1, X_2, X_3, \dots, X_{10}$, 其平均值 \bar{X} , 标准差 S 与变异系数 CV 按式(1)~式(4)计算。

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + \dots + X_{10}}{10} \dots\dots\dots(1)$$

其标准差 S 为:

$$S = \sqrt{\frac{(X_1 - \bar{X})^2 + (X_2 - \bar{X})^2 + (X_3 - \bar{X})^2 + \dots + (X_{10} - \bar{X})^2}{10 - 1}} \dots\dots\dots(2)$$

或

$$S = \sqrt{\frac{X_1^2 + X_2^2 + X_3^2 + \dots + X_{10}^2 - 10\bar{X}^2}{10 - 1}} \dots\dots\dots(3)$$

由平均值 \bar{X} 与标准差 S 计算变异系数 CV :

$$CV(\%) = \frac{S}{\bar{X}} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

若需求得饲料中的氯离子含量时,可按式(5)计算。

$$C(\%) = \frac{X}{W \times \frac{V}{100} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中: C ——氯离子(Cl^-)含量;

X ——从标准曲线上求得的氯离子(Cl^-)含量,mg;

W ——测定时试样的重量,g;

V ——测定时样品滤液的用量,mL。



注意事项

同一批饲料的样品测定时应尽量保持操作的一致性，以保证测定值的稳定性和重复性。



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

二、颗粒饲料粉化率的测定（选作）



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

实验目的

掌握颗粒饲料粉化率的测定
原理和实验室操作技术。



实验原理

颗粒饲料的**粉化率**是指特定条件下产生的粉末质量占总质量百分比。

本法通过粉化仪对颗粒产品的翻转摩擦后成粉量的测定，反映颗粒的坚实程度。

本法适用于一般硬颗粒饲料的粉化率、含粉率测定。



仪器设备

粉化仪（瑞士RETCHE-API型），两箱体式

粉化仪（国产SFCX₂型），两箱体式

标准筛一套 GB6004

SDB-200顶击式标准筛振动机。





实验步骤

将称好的2份试样分装入粉化仪的回转箱内，盖紧箱盖，开动机器，使箱体回转**10min**（500 r/min），停止后取出试样，用规定筛格在振筛机上筛理**1min**，称取筛上物质量，计算2份试样测定结果的平均值。



结果计算

(1) 含粉率 (W_1) 与粉化率 (W_2) 的计算:

$$W_1 (\%) = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \quad W_2 (\%) = 1 - \frac{m}{500} \times 100$$

式中: w_1 为试样含粉率;
 w_2 为试样粉化率;
 m 为回转后筛上物质量, g;
 m_1 为预筛后筛下物总质量, g;
 m_2 为预筛试样总质量, g。



(2) 允许差

2份试样测定结果绝对差不大于1，
在仲裁分析时绝对差不大于1.5。



注意事项

在样品量不大于**500g**时，也可以用**250g**样品，回转**5min**，测定样品的粉化率。



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

实验五

饲料有毒有害成分分析



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

一、饲料重金属的测定



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

饲料中铅的测定

——原子吸收光谱法



实验原理

- 将试料在马福炉 550°C 士 150°C 温度下灰化之后，酸性条件下溶解残渣，沉淀和过滤，定容制成试样溶液，用火焰原子吸收光谱法，测量其在 283.3nm 处的吸光度，与标准系列比较定量。（干灰化法）
- 试料中的铅在酸的作用下变成铅离子，沉淀和过滤去除沉淀物，稀释定容，用原子吸收光谱法测定。（湿消化法）



试剂和材料

- 0.6mol/L稀盐酸溶液,
- 6mol/L盐酸溶液
- 6mol/L硝酸溶液
- 铅标准储备液
- 铅标准工作液
- 乙炔



仪器设备

- 马福炉
- 分析天平
- 实验室用样品粉碎机
- 原子吸收分光光度计附测定铅的空心阴极灯
- 无灰(不释放矿物质的)滤纸



- 瓷坩埚(内层光滑没有被腐蚀, 使用前用盐酸煮)
- 可调电炉
- 平底柱型聚四氟乙烯坩埚



实验步骤

- 试样的制备
- 试样溶解
- 标准曲线绘制
- 测定
- 结果计算
- 每个试样取两个平行样进行测定，以其算术平均值为结果，结果表示 0.01mg/kg
- 重复性测定



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

二、豆制品脲酶活性的检验

——滴定法



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

实验目的

掌握测定尿素酶活性的各种方法的基本原理及方法步骤。



实验原理

大豆制品中的脲酶在一定条件下（pH、温度），可以将尿素水解为氨，用过量的已知浓度的盐酸吸收后生成氯化铵，再用氢氧化钠标准液滴定剩余的盐酸，根据消耗的氢氧化钠标准溶液数量，即可计算出由脲酶水解放出的氨氮含量，从而计算得出脲酶的活性。



试剂和溶液

- 尿素
- 磷酸氢二钠
- 磷酸二氢钾
- 尿素缓冲溶液 (pH6.9~7.0)
- 0.1mol/L的盐酸溶液
- 0.1mol/L的氢氧化钠标准溶液



仪器设备

- 样品筛
- 酸度计
- 恒温水浴
- 具塞刻度试管
- 精密计时器
- 粉碎机
- 分析天平
- 移液管



实验步骤

- 试样选取和制备
- 样品中脲酶活性的测定
 - 称样
 - 加缓冲液
 - 恒温水浴
 - 加酸冷却
 - 转移
 - 洗涤
 - 滴定记录



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

- 空白测定
- 计算



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

三、饲料黄曲霉毒素、 游离棉酚等的分析方法（选作）



四川农业大学

SICHUAN AGRICULTURAL UNIVERSITY

饲料中黄曲霉毒素B₁的测定

——酶联免疫吸附法



实验原理

利用固相酶联免疫吸附原理，将黄曲霉毒素 B_1 特异性抗体包被于聚苯乙烯微量反应板的孔穴中，再加入样品提取液（未知抗原）及酶标黄曲霉毒素 B_1 抗原（已知抗原），使两者与抗体之间进行免疫竞争反应，然后加酶底物显色，颜色的深浅取决于抗体和酶标黄曲霉毒素 B_1 抗原结合的量，即样品中黄曲霉毒素 B_1 多，则被抗体结合酶标黄曲霉毒素 B_1 抗原少，颜色浅，反之则深。



试剂和材料

- 黄曲霉毒素B₁酶联免疫测试盒
- 蒸馏水
- 甲醇水溶液(甲醇体积:水体积=5:5)



仪器设备

- 小型粉碎机
- 分样筛
- 分析天平
- 滤纸
- 微量连续可调取液器及配套吸头
- 培养箱
- 冰箱
- 黄曲霉毒素B₁测定仪





实验步骤

- 取样
- 试样提取
- 限量测定
 - 洗涤包被抗体的聚苯乙烯微量反应板
 - 加试剂
 - 反应
 - 洗涤



- 显色
- 中止
- 结果判定
- 定量测定