

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное научное учреждение
«Федеральный научный центр биологических систем и
агротехнологий Российской академии наук»
(ФГБНУ ФНЦ БСТ РАН)

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
К ВЫПОЛНЕНИЮ ПРАКТИЧЕСКИХ ЗАНЯТИЙ**

ДИСЦИПЛИНЫ

«Б1.В.01. Современные методы контроля качества кормов»

Уровень высшего образования

МАГИСТРАТУРА

Направление подготовки

36.04.02 ЗООТЕХНИЯ

(код и наименование направления подготовки)

Питание сельскохозяйственных животных и кормопроизводство
(наименование направленности (профиля) образовательной программы)

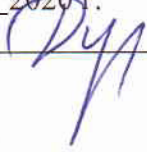
Квалификация

Магистр

Методические указания рассмотрены и утверждены на заседании отдела кормления сельскохозяйственных животных и технологии кормов им. проф. С.Г. Леушина

Протокол № 1 от «10» января 2020 г.

Зав. отделом, д.б.н.



Г.К. Дускаев

Оренбург 2020

Современные методы контроля качества кормов: метод. указания по выполнению практических занятий для магистров Направления подготовки 36.04.02 Зоотехния /Сост.: к.с.-х. наук Т.Н. Холодилина // ФГБНУ ФНЦ БСТ РАН. – Оренбург, 2020 - 14 с.

Методические указания по выполнению практических занятий составлены в соответствии с программой дисциплины и предназначены для студентов направления подготовки 36.04.02 Зоотехния. Методические указания содержат краткое описание выполнения практических занятий по методам контроля качества кормов.

Содержание

1.	ВВЕДЕНИЕ	4
2.	ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 1	5
3.	СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	14

ВВЕДЕНИЕ

В современных условиях традиционная оценка кормов для сельскохозяйственных животных по полноценности набора в них питательных веществ (протеины, сахара, минеральные вещества, витамины и т. д.) уже не достаточна для проведения мероприятий по охране здоровья человека и животных.

Изменившиеся экологические факторы обитания животных, новые технологические приемы заготовки и хранения кормов, интенсивная химизация сельского хозяйства, загрязнение окружающей среды ставят ряд актуальных задач по регламентации включений, не присущих натуральным кормам, и их безопасности при гигиенической оценке качества кормов.

Широкое использование достижений гигиенической науки позволит обеспечить высокие показатели роста поголовья животных, повышение их продуктивности, а также осуществлять профилактику заболеваний как животных, так и человека

Дисциплина «Б1.В.01 Современные методы контроля качества кормов» направление подготовки 36.04.02 ЗООТЕХНИЯ, ориентирована на формирование у студентов системы знаний, умений и навыков по вопросам контроля качества кормов.

Целью освоения дисциплины: является формирование базовых знаний по современным методам оценки биологической безопасности кормов и кормового сырья для животных и птиц.

Основные задачи по изучению дисциплины: овладеть навыками и освоить методы оценки химического состава и биологической ценности кормов с применением современных методов исследований.

По этой дисциплине студент должен выполнить практическое занятие.

В результате по дисциплине «Б1.В.01 Современные методы контроля качества кормов» студент должен

Знать:

- методы оценки питательности кормов и научные основы полноценного кормления животных;
- арбитражные методы оценки качества и безопасности кормов;

Владеть:

- техникой определения основных показателей химического состава кормов: воды, сырого протеина, сырой клетчатки и др.
- анализом и интерпретацией полученных результатов зоотехнического анализа;

Уметь:

- прогнозировать последствия изменений в кормлении и содержании животных;
- пользоваться нормативной документацией регламентирующей требования к качеству кормов;

При изучении контроля качества кормов формируются следующие **компетенции:**

ПК-2 – Способен обеспечить рациональное воспроизводство животных, владеть методами селекции, кормления и содержания различных видов животных и технологиями.

ПК-3 – Способен применять современные методы исследований в области животноводства, изучать научно-техническую информацию и участвовать в проведении научных исследований и анализе их результатов.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 1

ОТБОР ПРОБ КОРМОВ ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ, ФОРМИРОВАНИЕ СРЕДНЕЙ ПРОБЫ, ПРОБОПОДГОТОВКА (2 часа)

Цель работы: усвоить материал по отбору проб кормов.

Задачи работы:

1. Отбор проб кормов
2. Отбор средней пробы
3. Пробоподготовка

Перечень приборов, материалов, используемых на практическом занятии: видеофильмы, слайды.

Описание работы:

1. Отбор проб кормов

Отбор проб кормов проводят с участием ветеринарных и зоотехнических специалистов и представителя администрации хозяйств и предприятий, а в конфликтных случаях - с представителями организации-поставщика и местных органов Россельхознадзора.

В зависимости от назначения отобранные образцы подразделяют на точечные (разовые), средние и объединенные.

Разовая, или точечная, проба - проба, отобранная с одного места (точки). Точечные пробы берут из разных мест небольшими порциями, объединяя их в общую объединенную пробу, которую тщательно перемешивают и для отправки в лабораторию готовят среднюю пробу.

В том случае, когда отбор проб кормов осуществляют с целью постановки диагноза на заболевание или присутствие микотоксинов и фитотоксинов, проводят отбор ядовитых растений или наиболее пораженных плесенью участков.

Зеленые корма. Пробы зеленых кормов отбирают с пастбищ, лугов, участков кормовых культур в том случае, если зеленая масса предназначена непосредственно для скормливания животным, а также при подозрении на отравление ядовитыми растениями, нитратами, остатками пестицидов. Отбор проб проводят не менее чем с 10 точек участка. Точечные пробы тщательно перемешивают, расстилают ровным слоем и небольшими пучками, затем пробы объединяют и отбирают средний образец массой 1 кг, после этого вместе с этикеткой помещают в марлевые мешочки.

На сенокосах образцы берут с каждого укоса. Для этого на каждом участке выделяют не менее 10 делянок площадью 1-2 м². Скашивают на них траву на высоту 5 см от земли. Отбор точечных проб проводят в сухую погоду, после росы и до захода солнца, из прокосов на каждой делянке горстями отбирают траву не менее чем из 10 мест. Отобранный образец помещают в марлевый мешочек и отправляют в свежем виде или же после подсушивания. Для этого мешочки с травой размещают под навесом или в хорошо вентилируемом помещении до тех пор, пока растения не станут на ощупь сухими. Не допускают облучения растений прямыми солнечными лучами.

Сено. Пробы отбирают не менее чем в 10 точках скирды на разных уровнях, начиная с высоты 0,5-1 м. Масса точечной пробы должна составлять 200-250 г. От каждых 5 т заскирдованного сена берут объединенную пробу массой не менее 1 кг. Отбор проб проводят пробоотборниками конструкции ВНИИ кормов имени В. В. Вильмса или ПГК-7 и ПГК-8.

Число точечных проб от партии непрессованного сена массой до 25 т должно быть не менее 20, от каждых последующих 5 т - дополнительно еще по 4. Для отбора проб в колхозах и совхозах рекомендуется минимальное число точечных проб, равное 8. В период стойлового содержания скота пробы можно отбирать вручную при вскрытии скирды в процессе погрузки корма на транспорт или на скотном дворе по мере разгрузки корма.

Пробы прессованного сена при отсутствии пробоотборника отбирают в период укладки тюков в штабель: массой до 15 т - в количестве 3 %, но не менее чем из 5 тюков; от 15 до 50 т - 1 %, но не менее чем из 15 тюков. Точечные пробы из прессованного сена берут от каждого отобранного тюка. Для этого с тюка снимают проволоку или шпагат и, не нарушая целостности сена, выбирают по одному пласту: из первого тюка пласт с края, из второго - рядом с крайним, из третьего - следующий пласт и т. д.

Отобранные разовые пробы сена раскладывают на брезенте или пленке размером примерно 2×2 м и осторожно перемешивают, не допуская ломки растений и образования трухи, составляя объединенную пробу. Масса объединенной пробы от партии непрессованного и прессованного сена должна быть не менее 5 кг. Из общей пробы выделяют образец для анализа массой не менее 1 кг. Отобранный образец помещают в пакет из плотной ткани или полиэтилена.

Образцы соломы для ветеринарно-санитарного анализа берут таким же образом.

Силос, сенаж. Пробы отбирают не ранее чем через 1 мес. после закладки на хранение (после окончания процесса консервации) и не менее чем за 10 дн. до скармливания, сдачи или продажи другим хозяйствам. В случае подозрения на отравление животных силосом или сенажом пробы берут немедленно после возникновения таких случаев.

Образцы отбирают из силосных сооружений (башни, траншеи, ямы), заполненных однородным сырьем, при подозрении на отравление - из участков, из которых проводили забор кормов в день возникновения заболевания. Отбор проб осуществляют с помощью пробоотборников различной конструкции.

Точечные пробы отбирают пробоотборником на всю глубину слоя. Верхний слой (порченный), резко отличающийся по цвету от основной массы при отборе проб на качественный анализ силоса, предварительно убирают и в образец не включают, при подозрении на отравление - отбирают отдельно. От каждого хранилища отбирают минимум три пробы.

Рекомендуется точки отбора проб в траншеях с открытыми торцовыми сторонами располагать по диагонали на равных расстояниях друг от друга: одна должна находиться в центре траншеи и две - на концах на 0,5 м от стен (краев) и пять - от торцовых сторон сооружений; в траншеях с боковыми - торцовыми сторонами - на 0,5 м от стен.

Объединенную пробу помещают на пленку или брезент и после тщательного и быстрого перемешивания выбирают из нескольких мест средний образец массой около 1 кг. Средний образец помещают в банки, добавляют смесь хлороформа и толуола (1:1), вносят ее равными частями на дно, к середине емкости и сверху из расчета 5 мл на 1 кг массы, плотно закрывают пробками или крышками. При отсутствии банок допускается использование плотных полиэтиленовых мешочков. Пакет с образцом закрывают, предварительно вытеснив воздух путем сдавливания заполненной части пакета, один мешок вкладывают в другой, этикетку помещают между ними.

Корнеклубнеплоды. Из различных мест подлежащей исследованию партии откладывают без выбора примерно по 10 рядом лежащих корней таким образом, чтобы общая масса 100 отобранных корней составляла около 100 кг. Корни очищают от земли (но не моют) и сортируют на крупные, средние и мелкие. Корнеплоды каждого сорта взвешивают отдельно и рассчитывают их весовое соотношение. Данные записывают в паспорт образца. Из каждого сорта отбирают несколько корнеплодов в качестве среднего образца массой около 5 кг и укладывают в отдельные мешочки. Образец корней различной величины нумеруют одним номером и заносят в один паспорт. При отправке в лабораторию эти мешочки упаковывают в общий мешок или ящик. Таким образом готовят образцы свеклы, брюквы, турнепса, моркови.

Картофель отбирают отдельно из каждой емкости хранения. От партии, хранящейся в закромах, буртах, траншеях, средний образец отбирают в каждом хранилище. При хранении

картофеля насыпью точечные пробы берут по всей высоте, ширине и длине насыпи из разных мест и слоев через равные расстояния. Число точечных проб отбирают от партии с учетом общей массы. Отдельные точечные пробы должны быть одинаковыми по размеру, но не менее 3 кг, для партии свыше 60 т - не менее 10 кг. В лабораторию на анализ направляют средний образец массой 2-4 кг.

Водянистые корма. Образцы водянистых кормов (барда, пивная дробина, жом свежий и кислый, кормовая патока) берут после тщательного перемешивания в таре.

Отбор точечных проб можно проводить с помощью специального пробоотборника ПВК-1 конструкции НПО «Агроприбор» из разных мест и с разной глубины. Отобранную пробу консервируют смесью хлороформа и толуола или смесью ксилола и толуола (1:1) в количестве 5 мл на 1 кг корма. Консервант с кормом тщательно перемешивают. Можно также использовать 5 %-ный раствор формалина в количестве 3-5 мл на 1 кг корма. Величину среднего образца определяют из такого расчета, чтобы его масса составляла не менее 150 г на сухое вещество.

Зерно. Точечные пробы зерна, хранящегося на складах и на площадках при высоте насыпи до 1,5 м, отбирают ручным щупом с навинчивающимися штангами. Поверхность насыпи делят на секции (каждая примерно 200 м²). Пробы отбирают в шести точках на расстоянии 1 м от стен склада (края площадки) и границ секции и на одинаковом расстоянии друг от друга по схеме «Г».

При небольших количествах зерна в партии допускается брать точечные пробы в четырех точках поверхности секции площадью до 100 м по схеме «Д». Точечные пробы отбирают из верхнего слоя на глубине 10-15 см от поверхности насыпи, из среднего и нижнего слоев. Общая масса точечных проб должна составлять около 2 кг на каждую секцию.

Из зашитых мешков точечные пробы отбирают мешочным щупом в трех доступных точках мешка. Щуп вводят по направлению к средней части мешка желобком вниз, сдвигая нити мешка. Образовавшееся отверстие заделывают крестообразными движениями острия щупа. Общая масса точечных проб должна быть не менее 2 кг.

Точечные пробы объединяют в чистой, крепкой, не зараженной хлебными вредителями таре, смешивают и образуют объединенную пробу, из которой с помощью делителя или ручным способом выделяют среднюю пробу, масса которой должна быть не менее 2 кг.

Жмыхи. При хранении жмыхов насыпью на площадках или в амбарах поверхность насыпи условно делят на секции площадью 1 м². Точечные пробы отбирают от секций верхнего, среднего и нижнего слоев по 1,5 кг каждая.

Для составления среднего образца жмыхов, упакованных в мешки, отбирают точечные пробы около 0,5 кг каждая из каждого десятого (иногда пятого) мешка. Из первого мешка пробу берут сверху, из второго - из середины, из третьего - снизу и т. д. Объединенная проба при ручном отборе на каждые 16 т корма должна быть массой не менее 16 кг.

В случае отбора проб жмыха в виде плиток рекомендуется брать 16 плиток на 80 т жмыха, из них выбрать четыре типичные, раздробить их, тщательно перемешать и отобрать 0,6-0,8 кг. После осмотра все пробы жмыхов тщательно перемешивают и получают объединенную пробу, которую раскладывают в виде квадрата слоем 10 см, и после необходимого числа квартований выделяют средний образец массой около 1 кг, который направляют в лабораторию.

Корма животного происхождения. При хранении муки в таре точечные пробы берут чистым сухим щупом по диагонали от 10 % мест всей партии, но не менее чем из трех, массой около 1,5 кг. При бестарном хранении точечные пробы отбирают с транспортера через равные промежутки времени в течение непрерывной загрузки партии муки в бункер из расчета 250 г от каждой тонны продукции, но не менее 15 кг от каждой партии. Объединенную пробу тщательно перемешивают и отбирают для отправки в лабораторию образец массой около 1,5 кг.

Кормовые добавки. Отбор средних образцов порошковидных и мелкокристаллических минеральных веществ, карбамида, фосфатных кормовых добавок проводят из разных мест щупом аналогично взятию проб зерновых и мучнистых кормов. Средний образец составляют равным 0,6-0,7 кг.

Комбикорма, мука травяная, мука из древесной зелени, отруби, мучка, сечка, дрожжи кормовые, паприн, эприн и другие белковые корма. На складах, хозяйствах из партий

рассыпного и гранулированного комбикорма точечные пробы отбирают вагонным или амбарным щупом, а при его отсутствии совком из центра квадрата площадью 4-5 м² каждый: при высоте насыпи до 0,75 м - из верхнего и нижнего слоев, свыше 0,75 м - из верхнего, среднего и нижнего. Масса объединенной пробы от партий рассыпного корма должна быть не менее 4 кг, после смешивания и квартования из нее выбирают средний образец для анализа массой 0,5-1 кг.

В спорных случаях отбирают два средних образца с тем, чтобы один оставить для контроля.

При пересылке проб корма, если они влажные, их просушивают при температуре 40-45 °С до воздушно-сухого состояния. Сыпучие корма отправляют в мешочках, а грубые в ящиках или мешках. Сочные и жидкие в стеклянных банках.

На каждую пробу корма посылаемой в лабораторию пишут сопроводительную записку (вид корма или состав корма, когда, кем и откуда взят, причины посылки его на исследования, клинические или патологоанатомические изменения у животных заболевших после поедания посылаемых кормов, условия хранения кормов, почтовый и телеграфный адрес отправителя, номер телефона, дата, время, подпись отправляющего).

2. Отбор средней пробы

Объекты качественного и количественного анализа могут представлять собой как гомогенные (однофазные) газообразные, жидкие или твердые вещества, так и гетерогенные смеси, например, несколько твердых фаз, твердых и жидких (суспензии, мази, пасты и т.д.), жидких (эмульсии). Для проведения анализа отбирают определенное количество анализируемого материала – пробу.

Проба – часть анализируемого материала, представителью отражающая его химический состав. В отдельных случаях в качестве пробы используют весь анализируемый материал. В зависимости от задачи проба должна представителью отражать средний состав всего анализируемого материала или определенной его части (фазы, слоя и т.д.).

Для гомогенных объектов анализа, состоящих из одной фазы, при отборе пробы можно ограничиться взятием некоторого количества материала, необходимого для проведения анализа, из любой части анализируемого объекта.

При анализе неоднородных гетерогенных смесей необходимо отбирать среднюю пробу, из которой затем берут аналитическую пробу меньшей массы (объема). Из аналитической пробы для проведения анализа отбирают аналитическую навеску – определенную часть пробы, используемую при выполнении единичного определения. В отдельных случаях в качестве аналитической навески используют всю пробу.

Средняя проба – это небольшая представительная часть вещества, состав и свойства которой идентичны составу и свойствам всей массы анализируемого вещества.

Способ отбора средней пробы зависит от природы анализируемого вещества, его агрегатного состояния, однородности. Не существует такой методики отбора пробы, которая была бы универсальной и пригодной для всех анализируемых материалов.

Во многих случаях способы отбора пробы для анализа регламентируются соответствующей нормативной документацией (НД). Так, для проведения анализа субстанций лекарственных веществ, лекарственного сырья, различных лекарственных форм (капли глазные, гранулы, инъекционные лекарственные формы, капсулы, мази, настои и отвары, настойки, порошки, сиропы, суспензии, таблетки, экстракты, эмульсии и др.) разработаны специальные приемы и методики подготовки образца к анализу и отбора проб, регламентируемые требованиями общих и частных Фармакопейных статей и другой НД.

Например, для определения содержания лекарственных веществ в таблетках в общем случае отбирают не менее 20 таблеток, совместно растирают их и полученный порошок подвергают анализу.

При анализе же сухого растительного лекарственного сырья (листья, травы, цветки, плоды, семена, кора, корни, корневища и др.) первоначально отбирают три пробы (точечные пробы), примерно одинаковые по массе: сверху, снизу и из середины массы сырья. Эти три точечные

пробы осторожно перемешивают и получают объединенную пробу, из которой затем отбирают среднюю пробу с использованием обычно метода квартования (см. ниже). Масса средней пробы для сухого растительного лекарственного сырья может колебаться, в зависимости от его природы, от нескольких десятков до нескольких сотен или даже тысяч граммов (кг). Из средней пробы отбирают меньшую по массе аналитическую пробу (обычно методом квартования), части которой и подвергают анализу. Так, для определения содержания аскорбиновой кислоты (витамина С) в сухих плодах шиповника аналитическую пробу (отобранные сухие плоды шиповника) грубо измельчают, отбирают 20 г полученной массы, растирают в фарфоровой ступке вместе с 5 г стеклянного порошка и подвергают дальнейшему анализу.

При подготовке к анализу образцов одной из разновидностей лекарственного сырья – высушенных цветков василька синего – аналитическую пробу измельчают до размеров частиц, проходящих через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Из полученного порошка отбирают около 0,3 г вещества и подвергают дальнейшему анализу.

Помимо специфических приемов и методик отбора средней пробы используют и некоторые общие подходы к отбору проб, для чего часто применяют различные пробоотборники, дозаторы и т.д.

Отбор пробы жидкости. Перед отбором пробы жидкость тщательно перемешивают, после чего отбирают часть ее, необходимую для проведения анализа.

Отбор пробы твердого вещества. Перед отбором пробы твердого вещества проводят предварительное визуальное исследование анализируемого материала для определения его цвета, степени однородности, вероятного числа составляющих компонентов, формы и величины частиц и т.д. При этом используют лупу, микроскоп и др. приборы.

Отбор пробы однородного твердого вещества. Твердое вещество однородно, если оно состоит из частиц, одинаковых по размеру и химическому составу. В этом случае отбирают часть анализируемого вещества, измельчают его (в ступке или на шаровой мельнице), растирая в однородный порошок, и подвергают анализу.

Отбор пробы неоднородного твердого вещества. Твердое вещество неоднородно, если оно состоит из частиц, различных по размерам и химическому составу (типичный пример – почва). В этом случае отбор пробы включает три последовательные операции: измельчение анализируемого материала, просеивание измельченных частиц через сита с определенными размерами отверстий и деление полученного порошка на части, из которых отбирается масса вещества, необходимая для проведения анализа.

Измельчение исходного материала проводят в ступках или в шаровых мельницах.

Просеивание измельченных частиц проводят с использованием сит (например, шелковых или капроновых), различающихся размерами отверстий (круглых, квадратных, многоугольных), через которые просеиваются измельченные частицы. В фармацевтическом анализе по степени измельченности частиц порошки подразделяют на: крупные, средnekрупные, среднемелкие, мелкие, мельчайшие, наимельчайшие. Если степень измельченности частиц (порошков) не указана, то подразумевается, что размеры частиц не превышают в поперечнике 0,150 мм.

Частицы крупных порошков должны полностью просеиваться через сита с размером отверстий 2 мм; не более 40% частиц должны просеиваться через сита с размером отверстий 0,310 мм. Частицы порошков с остальными степенями измельченности должны полностью просеиваться через сита с размерами отверстий, указанных в справочниках для соответствующих порошков.

Если после просеивания через сито на нем остаются частицы, то их снова измельчают и затем просеивают через то же сито. Операцию повторяют до тех пор, пока все частицы будут просеяны через сито.

Деление на части порошков, полученных после просеивания, проводят методом квартования (традиционный способ) или с использованием механического делителя. Цель данной стадии подготовки образца к анализу состоит в том, чтобы получить однородный по составу порошок пробы. Деление квартованием проводят следующим образом. Отбирают полученный после просеивания порошок, высыпают его «горкой» на плоскую горизонтальную поверхность и выравнивают слой порошка в форме круга или квадрата. Затем этот слой разделяют на четыре

равные части (на четыре сектора или – диагоналями квадрата – на четыре треугольника), отбирают две противоположные части, смешивают их и при необходимости повторяют квартование. Деление продолжают до получения требуемой массы вещества, которую и подвергают анализу. Полагают, что метод квартования позволяет получить среднюю пробу, наиболее вероятную по однородности частиц анализируемого материала по сравнению с другими способами отбора пробы.

Масса пробы или аналитической навески определяется природой анализируемого материала и выбранным методом анализа.

3. Пробоподготовка

Физические методы пробоподготовки.

Наиболее распространенными физическими методами пробоподготовки являются: удаление влаги, измельчение и обработка поверхности.

а) Удаление влаги чаще всего осуществляют путем простого высушивания на воздухе. Однако эта процедура может занять несколько суток, поэтому часто используют высушивание при повышенной температуре. Недостаток этого способа удаления влаги заключается в возможности потерь массы вследствие удаления газообразных веществ и испарения части пробы. Этому недостатка лишено лиофильное высушивание, т.е. высушивание в замороженном состоянии при температурах до -85°C .

б) Измельчение твердых проб осуществляют при помощи мельниц, в которых проба превращается в порошок с определенным размером частиц. Для предотвращения загрязнения пробы детали мельниц изготавливают из твердых инертных материалов.

в) В ряде методов, в которых осуществляется непосредственный анализ твердых образцов, проводят тщательную очистку поверхности проб, поверхность пробы шлифуют или полируют.

Физико-химические и химические методы пробоподготовки.

Эти методы пробоподготовки используют для перевода пробы в физическое состояние, нужное для осуществления анализа по выбранной методике (рис. 1.6).

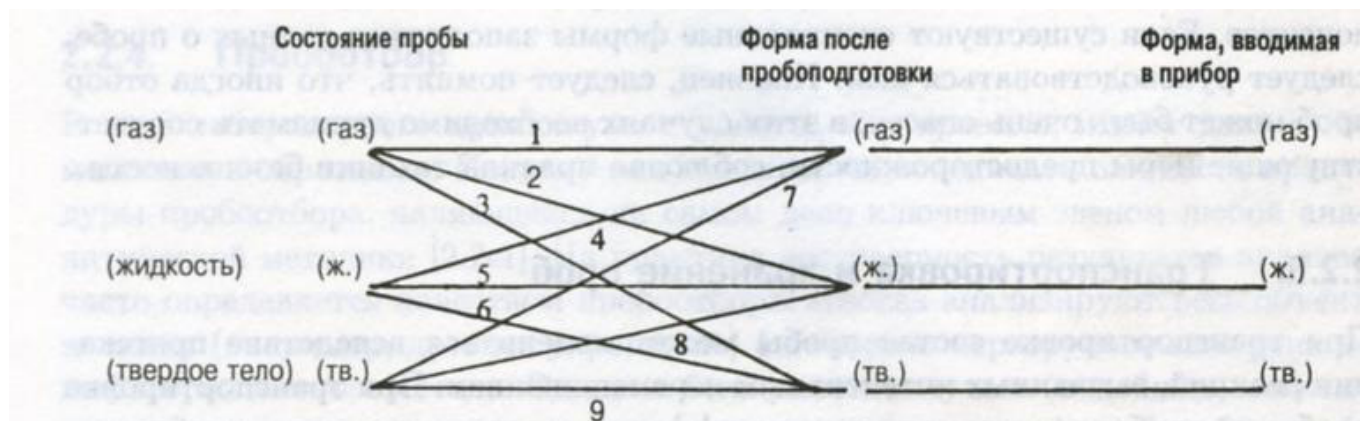


Рис. 1.6. Способы пробоподготовки:

1. Непосредственный ввод пробы в прибор.
2. Превращение газа в жидкость – конденсация или экстракция из газовой фазы.
3. Превращение газа в твердое тело – конденсация.
4. Превращение жидкости в газ – испарение.
5. Непосредственный ввод пробы в прибор или жидкостная экстракция.
6. Превращение жидкости в твердое тело – осаждение, выпаривание растворителя, лиофильное высушивание.
7. Превращение твердого тела в газ – испарение.
8. Превращение твердого тела в жидкость – растворение, мокрое разложение.
9. Непосредственный ввод пробы в прибор.

а) Растворение твердых проб осуществляют с использованием воды, кислот, растворов щелочей или органических растворителей. При анализе почв проводят элюирование (выщелачивание).

б) Разложение (вскрытие) проб СЛАЙД 4 проводят при нормальном и повышенном давлении, а также используют «сухое» разложение (рис. 1.7). В открытых системах для разложения используют жидкие реагенты, обычно окислители или восстановители. Например, разложение проб почв и донных отложений для определения в них металлов можно проводить путем кипячения с царской водкой с обратным холодильником. Поскольку разлагающий реагент берется в большом избытке, к его чистоте предъявляются повышенные требования.



Рис. 1.7. Методы разложения пробы.

Для разложения можно использовать микроволновые печи, излучающие обычно при 2-45 ГГц, или УФ-излучение ртутной лампы высокого давления. В последнем случае к пробе обычно добавляют небольшие количества пероксида водорода и кислот.

Биологические материалы, продукты питания, пластмассы, угли, смазочные масла требуются разлагать в особо жестких условиях. Для этого служат методы разложения при повышенном давлении. В устройстве Кнаппа (рис. 1.8) твердая проба пребывает в течение нескольких часов в автоклаве в атмосфере азота под давлением 13 МПа при температуре до 320°C в контакте с концентрированной азотной кислотой. По окончании процесса и охлаждении пробы в кварцевом сосуде для разложения остается давление порядка 2 МПа. При стравливании избыточного давления из сосуда удаляется азот, диоксид углерода, оксиды азота и остается прозрачный раствор, окрашенный в темно-зеленый цвет за счет остаточных количеств растворенных оксидов азота.



Рис. 1.8 Устройство Кнаппа для разложения пробы под давлением.

Разложение под давлением можно ускорить, если использовать микроволновые печи. Однако полнота разложения при этом может оказаться ниже.

Помимо применения жидких реагентов, для разложения используют и «сухие» способы, например, сжигание пробы или ее плавление. Для элементного анализа органических веществ пробу можно сжигать в токе кислорода при 950°C . Органические вещества, экстрагируемые пентаном или гексаном, можно полностью сжечь в кислородно-водородном пламени методом Викбольда. При озолении в холодной плазме пробу обрабатывают атомарным кислородом, образующимся в высокочастотном электромагнитном поле. В таком состоянии кислород является особенно сильным окислителем. При определении мышьяка, сурьмы, теллура и селена в органических и биологических пробах можно использовать их способность образовывать легколетучие соединения.

г) Разделение и концентрирование. Как для отделения определяемого компонента от матрицы, так и для его концентрирования можно применять одни и те же способы. Концентрированием называется процесс, в результате которого возрастает концентрация компонента в растворе либо его доля по отношению к матрице по сравнению с исходной пробой.

Важнейшими методами разделения и концентрирования являются:

- отгонка летучих компонентов;
- осаждение или соосаждение компонента на коллекторе;
- экстракция и ионный обмен;
- электролитическое выделение;
- колоночная хроматография и сорбция.

Разделение и концентрирование газовых проб можно осуществить непосредственно в ходе пробоотбора, используя абсорбцию жидкостью или адсорбцию твердой фазой. Так, на тенаксе — разновидности активированного угля — хорошо адсорбируются пары спиртов, сложных эфиров, кетонов и ароматических соединений.

Выделение легколетучих органических веществ из водных растворов можно осуществить с помощью следующего приема. Раствор пробы кипятят на водяной бане и продувают потоком газ-носителя (гелий), поступающим на адсорбционную колонку. После термической десорбции адсорбированные компоненты определяют методом газовой хроматографии.

Можно определять легколетучие вещества и непосредственно в паровой фазе. Сосуд с анализируемым раствором плотно закрывают. Через некоторое время между определяемым компонентом, находящимся в растворе, и его парами устанавливается равновесие. С помощью

соответствующей градуировки можно установить зависимость между содержанием паров в газовой фазе и концентрацией вещества в растворе. В этом методе определяемый компонент и матрица разделяются сами собой. Такой способ пробоподготовки используют, например, при определении летучих углеводородов в водах или содержания алкоголя в крови.

д) Удаление матрицы можно осуществлять при помощи тех же методов, которые применяют для разделения и концентрирования. На практике наиболее распространен сорбционный метод. Жидкую (или переведенную в раствор) пробу пропускают через стеклянную или пластмассовую колонку, заполненную соответствующим сорбентом; при этом компоненты пробы сорбируются. Мешающие компоненты матрицы затем удаляют путем промывания колонки подходящим элюентом. Затем другим элюентом вымывают из колонки определяемый компонент.

Список литературы

1. Коршева, И. А. Зоотехнический анализ кормов : учебное пособие / И. А. Коршева. — Омск : Омский ГАУ, 2017. — 148 с. — ISBN 978-5-89764-646-3.
2. Черепок, Ж. М. Зоотехнический анализ и качественная оценка кормов : учебное пособие / Ж. М. Черепок. — Уссурийск : Приморская ГСХА, 2008. — 147 с.
3. Кузнецов А.Ф., Зоогигиеническая и ветеринарно-санитарная экспертиза кормов : учебник / А. Ф. Кузнецов, А. М. Лунегов, К. А. Рожков, И. В. Лунегова ; под редакцией А. Ф. Кузнецова. — Санкт-Петербург : Лань, 2017. — 508 с. — ISBN 978-5-8114-2778-9.