全国职业院校技能大赛 ZZ044 饲料营养与检测 (中职组)

赛题六

模块一: 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法

一、健康和安全

请描述本模块涉及的健康安全问题及预防措施。

二、环保

请描述本模块可能产生的环保隐患和所需采取的预防措施。

三、基本原理

试样在催化剂作用下, 经硫酸消解, 含氮化合物转化成硫酸铵, 加碱蒸馏使氨逸出, 用硼酸吸收后, 再用盐酸标准滴定溶液滴定, 测出氮含量, 乘以 6.25, 计算出粗蛋白含量。

四、目标

- 1. 完成实验的准备工作
- 2. 完成标准溶液的标定
- 3. 完成饲料粗蛋白的测定
- 4. 完成报告撰写

完成工作的总时间是240分钟。

五、仪器设备、试剂、试样和解决方案

(一)仪器设备、试剂、试样清单

主要设备	电子天平 (精度 0.0001g、0.01g)
	消煮电炉: 1000W
	凯氏定氮仪: 半自动
玻璃器皿	凯氏烧瓶: 100mL
	容量瓶: 100mL
	滴定管: 50mL, 聚四氟乙烯
	移液管: 10.00mL、20.00mL、25.00mL

	锥形瓶: 250mL
	实验室常见其他玻璃仪器
试剂和溶液	水: GB/T 6682, 三级
	硼酸:分析纯
	氢氧化钠:分析纯
	硫酸: 分析纯
	无水碳酸钠:基准试剂
	蔗糖: 分析纯
	混合催化剂:硫酸铜和硫酸钾或硫酸钠混合试剂
	混合指示剂溶液: 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂
	盐酸标准滴定溶液: 待标定
	甲基红乙醇溶液: 0.1g/100mL
	溴甲酚绿乙醇溶液: 0.5g/100mL
试样	鱼饲料

(二)溶液准备

根据现场提供的试剂完成溶液配制。

(三)实验操作

1. 盐酸标准滴定溶液 (0.1mo1/L 或 0.02mo1/L)的标定准确称取无水碳酸钠基准试剂 Xg (精确至 0.1mg),于250mL 锥形瓶中,溶于50mL 水中,加一定量的溴甲酚绿-甲基红混合指示剂,用配制好的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸2min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色,记录滴定体积。平行三次。

盐酸浓度的计算公式: $c(HCl) = \frac{m \times 1000}{(V - V_0) \times M}$ 式中:

m-无水碳酸钠的质量, g;

V-盐酸溶液的体积, mL;

V。一空白试验盐酸溶液的体积, mL;

M—无水碳酸钠的摩尔质量。M(1/2Na₂CO₃)=52.99g/mo1;

c(HC1)一盐酸标准滴定溶液的浓度, mo1/L。

对标定的精密度进行分析,以相对极差 A(%)表示,计算公式如下:

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\overline{X}} \times 100$$

式中:

 X_1 一平行测定的最大值;

X2-平行测定的最小值;

X一平行测定的平均值。

2. 饲料粗蛋白的测定

称取试样 X g (准确至 0.1mg)于凯氏烧瓶中,加入一定量混合催化剂,混匀,加入一定量硫酸和几粒玻璃珠于电炉上加热,待试样焦化、泡沫消失后,再提高加热温度,直至呈透明的蓝绿色,继续加热至完全消化。冷却至室温,加入 20mL 水,转入 100mL 容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀,作为试样分解液。

将半微量蒸馏装置的冷凝管末端浸入装有一定量硼酸 吸收液和 2 滴混合指示剂的锥形瓶中。蒸汽发生器的水中应加入甲基红指示剂数滴,硫酸数滴,在蒸馏过程中保持此液 为橙红色。准确移取一定体积试样分解液于消化管中,加入一定量氢氧化钠溶液,蒸馏、吸收至流出液 PH 值为中性,然后停止蒸馏。将蒸馏后的吸收液用盐酸标准滴定溶液滴定,滴定至终点。

平行测定两份试样,同时做空白试验。

(四)结果处理、分析

1. 粗蛋白含量计算:

试样中粗蛋白质含量以ω计,数值以克每千克 (g/kg) 表示,测定结果为两个平行样的算术平均值,结果保留 4 位 有效数字。按下列公式计算:

$$\omega = \frac{(V_2 - V_0) \times c \times \frac{14}{1000} \times 6.25}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 1000$$

式中:

ω—试样中氮的质量分数,单位 g/kg;

V₂一试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位 mL;

V。一空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位 mL;

m-试样质量,单位 g;

V—试样分解液总体积,单位 mL;

V₁—蒸馏用试样分解液体积,单位 mL;

14-氮的摩尔质量,单位 g/mol;

- 6.25 一氮换算成粗蛋白的平均系数。
- 2. 精密度分析

对结果的精密度进行分析,以相对极差 A(%)表示,计算公式如下:

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\overline{X}} \times 100$$

式中:

- X_1 一平行测定的最大值;
- X2-平行测定的最小值;
- **X**一平行测定的平均值。

(五) 撰写报告

1. 请完成一份报告,应包括:实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施;实验中的试剂选用和过程记录、数据处理、结果的评价和问题分析。

2. 简答题:

将蒸馏后的吸收液立即用盐酸标准滴定溶液滴定,如何判断滴定终点?

模块二:饲料中总磷的测定 分光光度法

一、健康和安全

请描述本模块涉及的健康和安全问题及预防措施。

二、环保

请描述本模块可能产生的环保隐患和所需采取的预防措施。

三、基本原理

试样中的总磷经消解,在酸性条件下与钒钼酸铵生成黄色的钒钼黄[(NH₄)₃PO₄NH₄VO₃·16MoO₃]络合物,钒钼黄的吸光度值与总磷的浓度成正比,在波长 400nm 下测定试样溶液中钒钼黄的吸光度值,与标准系列比较定量。

四、目标

- 1. 准备实验方案所需的溶液
- 2. 根据实验方案配制标准系列溶液
- 3. 配制待测试样溶液
- 4. 测定试样中总磷含量
- 5. 完成报告

完成工作的总时间是180分钟。

五、实验操作的仪器设备、试剂和解决方案

(一)仪器设备、试剂清单

主要设备 电子天平(精度 0.01g、0.0001g) 紫外-可见分光光度计(配备 1cm 石英比色皿 2 个)

	过滤装置
玻璃器皿	烧杯 (50mL、100mL)
	量筒 (5mL、10mL、25mL、100mL)
	分刻度吸量管 (5mL、10mL)
	容量瓶 (100mL、250mL)
	实验室常见其他玻璃仪器
药品试剂	硝酸:分析纯
	盐酸 1+1
	钒钼酸铵显色剂溶液
	磷标准储备溶液
	去离子水
试样	蛋鸡预混合饲料

(二)实验方案

1. 试样的计算

根据提供的饲料试样中总磷含量,计算应称取饲料试样的质量(g),并写出计算过程。

2. 磷标准工作曲线的绘制

- (1)配制标准溶液系列:根据提供的磷标准储备溶液配制合适浓度的标准工作液,用吸量管准确移取不同体积的磷标准工作溶液分别至7个100mL容量瓶中,然后加入10mL钒钼酸铵显色剂溶液,用水稀释至刻度,摇匀、静置10min以上。
- (2)绘制标准曲线:以不含磷标准溶液为空白溶液做 参比,在400nm波长处,测定7个磷标准系列溶液的吸光度。 以浓度为横坐标,以相应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

3. 试样的测定

根据提供的待测饲料试样总磷含量范围, 计算应该称取

的试样质量,减量法称量(精确至 0.1mg),于 100mL 烧杯,缓缓加入盐酸溶液 10mL,使其全部溶解,冷却后转移 100mL容量瓶中,定容,摇匀,过滤,滤液为待测试液。

准确移取一定体积的试液于100mL容量瓶中,按照工作 曲线绘制时的溶液显色方法和测定方法,在400nm波长处进 行吸光度测定。由测得吸光度从工作曲线查出待测溶液中磷 的浓度,计算得出试样中总磷含量。平行测定两份。

(三)结果处理、分析和报告

1. 结果计算

试样中总磷的含量ω, 数值以克每千克 (g/kg)表示, 结果保留 4 位有效数字, 按下式计算:

$$\omega = \frac{\rho_x \times n \times V}{m \times 1000}$$

式中:

ω 一 试样中总磷含量, g/kg;

 ρ_x 一从工作曲线查得的待测溶液中磷浓度, ug/mL;

n-试样溶液的稀释倍数;

V-试样溶液定容后的体积, mL;

m-准确称取的试样质量, g。

2. 误差分析

对试样测定结果的精密度进行分析,以相对极差 A 表示, 结果精确至小数点后 2 位。

计算公式如下:

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\overline{X}} \times 100\%$$

式中:

X₁一平行测定的最大值;

X2-平行测定的最小值;

3. 填写原始数据记录单并撰写报告

请填写原始记录单,并完成一份电子工作报告,内容应包括:实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施,实验原理,关键试样计算过程,数据记录和处理,结果评价和问题分析等。

模块三 饲料鉴别

一、健康和安全

请描述本模块涉及的健康和安全问题及预防措施。

二、环保

请描述本模块可能产生的环保隐患和所需采取的预防措施。

三、基本原理

根据饲料原料的物质形态、外观特征、气味等特性,利用放大镜、显微镜等工具进行原料种类判定和掺假鉴定,并根据国际饲料分类与编码方法进行饲料分类和编码。依据GB/T34269-2017,在显微镜下观察被检物质的外观形态、组织结构、细胞形态及染色特征等,对其种类和品质进行鉴别和评价。

四、目标

- 1. 判定饲料原料样品的种类
- 2. 给出饲料原料的国际分类名称、国际分类编码
- 3. 显微镜正确操作
- 4. 鉴定掺假物质、结果判定
- 5. 完成实验报告

完成工作的总时间是60分钟。

五、仪器设备、试剂和解决方案

(一)仪器设备、试剂清单

工具与耗材	放大镜 2 个
	培养皿、载玻片、盖玻片
	生物显微镜: 可放大 40 倍-500 倍
	点滴板: 黑色和白色
	烧杯 (50mL) 2 个
	抽纸1包
	洗瓶1个(装满去离子水)
	尖头镊子、尖头探针
	实验室其他常用仪器
饲料原料	试样 1-10、掺假试样 1
试剂	悬浮剂 I: 称取 10g 水合氯醛溶解于 10mL 水中, 加入 10mL
	丙三醇,混匀,置于棕色瓶内

(二)饲料原料准备

从鱼油、大豆油、亚麻籽油、大豆磷脂油、棉籽粕、玉米粉、鱼粉、豆粕、菜籽粕、花生粕、膨化大豆粉、谷朊粉、葵花籽粕/向日葵仁粕、肉骨粉、贝壳粉、鱿鱼膏、鱼溶浆、硫酸铜、小麦粉、麸皮、羽毛粉、花生油、啤酒酵母水解物、大豆浓缩蛋白、磷酸二氢钙、膨润土等饲料原料中随机抽取10种原料,编号:1-10,同时抽取1种掺假10%的饲料,编号:掺假试样1。

(三)实验

- 1. 每个样品取少许,利用放大镜观察外观、颜色、气味等方法鉴定出 10 种原料的名称,并填写其国际饲料分类编号与分类名称;
- 2. 利用显微镜 对掺假试样 1 进行检测识别, 取少许样 品中于载玻片上, 加两滴悬浮剂 I, 用探针搅拌分散, 浸透均 匀, 加盖玻片, 在生物显微镜下观察。先在低倍镜下搜索观 察, 然后对相应目标进一步放大倍数观察, 记录特征和现象。

鉴定出两种原料的种类并填写其国际饲料分类编号与分类名称。

(四) 结果报告

1. 请完成一份检测报告,应包括:检测过程中必须做好的安全、环保措施;检测记录、结果描述和结果判定。

2. 简答题:

请写出5种通常鱼粉掺假物的名称。

全国职业院校技能大赛 ZZ044 饲料营养与检测 (中职组)

赛题七

模块一: 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法

一、健康和安全

请描述本模块涉及的健康安全问题及预防措施。

二、环保

请描述本模块可能产生的环保隐患和所需采取的预防措施。

三、基本原理

试样在催化剂作用下, 经硫酸消解, 含氮化合物转化成硫酸铵, 加碱蒸馏使氨逸出, 用硼酸吸收后, 再用盐酸标准滴定溶液滴定, 测出氮含量, 乘以 6.25, 计算出粗蛋白含量。

四、目标

- 1. 完成实验的准备工作
- 2. 完成标准溶液的标定
- 3. 完成饲料粗蛋白的测定
- 4. 完成报告撰写

完成工作的总时间是240分钟。

五、仪器设备、试剂、试样和解决方案

(一)仪器设备、试剂、试样清单

主要设备	电子天平 (精度 0.0001g、0.01g)
	消煮电炉: 1000W
	凯氏定氮仪: 半自动
玻璃器皿	凯氏烧瓶: 100mL
	容量瓶: 100mL
	滴定管: 50mL, 聚四氟乙烯
	移液管: 10.00mL、20.00mL、25.00mL

	锥形瓶: 250mL
	实验室常见其他玻璃仪器
试剂和溶液	水: GB/T 6682, 三级
	硼酸:分析纯
	氢氧化钠:分析纯
	硫酸: 分析纯
	无水碳酸钠:基准试剂
	蔗糖: 分析纯
	混合催化剂:硫酸铜和硫酸钾或硫酸钠混合试剂
	混合指示剂溶液: 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂
	盐酸标准滴定溶液: 待标定
	甲基红乙醇溶液: 0.1g/100mL
	溴甲酚绿乙醇溶液: 0.5g/100mL
试样	仔猪饲料

(二)溶液准备

根据现场提供的试剂完成溶液配制。

(三)实验操作

1. 盐酸标准滴定溶液 (0.1mo1/L 或 0.02mo1/L) 的标定 准确称取无水碳酸钠基准试剂 Xg (精确至 0.1mg), 于 250mL 锥形瓶中,溶于 50mL 水中,加一定量的溴甲酚绿-甲 基红混合指示剂,用配制好的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变 为暗红色,煮沸 2min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色, 记录滴定体积。平行三次。

盐酸浓度的计算公式:
$$c(HCl) = \frac{m \times 1000}{(V - V_0) \times M}$$

式中:

m-无水碳酸钠的质量, g;

V一盐酸溶液的体积, mL;

V。一空白试验盐酸溶液的体积, mL;

M—无水碳酸钠的摩尔质量。M(1/2Na,CO₃)=52.99g/mo1;

c(HC1)一盐酸标准滴定溶液的浓度, mo1/L。

对标定的精密度进行分析,以相对极差 A(%)表示,计算公式如下:

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\overline{X}} \times 100$$

式中:

 X_1 一平行测定的最大值;

X2-平行测定的最小值;

X一平行测定的平均值。

2. 饲料粗蛋白的测定

称取试样 X g (准确至 0.1mg)于凯氏烧瓶中,加入一定量混合催化剂,混匀,加入一定量硫酸和几粒玻璃珠于电炉上加热,待试样焦化、泡沫消失后,再提高加热温度,直至呈透明的蓝绿色,继续加热至完全消化。冷却至室温,加入 20mL 水,转入 100mL 容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀,作为试样分解液。

将半微量蒸馏装置的冷凝管末端浸入装有一定量硼酸 吸收液和 2 滴混合指示剂的锥形瓶中。蒸汽发生器的水中应加入甲基红指示剂数滴,硫酸数滴,在蒸馏过程中保持此液 为橙红色。准确移取一定体积试样分解液于消化管中,加入一定量氢氧化钠溶液,蒸馏、吸收至流出液 PH 值为中性,然后停止蒸馏。将蒸馏后的吸收液用盐酸标准滴定溶液滴定,滴定至终点。

平行测定两份试样,同时做空白试验。

(四)结果处理、分析

1. 粗蛋白含量计算:

试样中粗蛋白质含量以ω计,数值以克每千克 (g/kg) 表示,测定结果为两个平行样的算术平均值,结果保留 4 位 有效数字。按下列公式计算:

$$\omega = \frac{(V_2 - V_0) \times c \times \frac{14}{1000} \times 6.25}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 1000$$

式中:

ω—试样中氮的质量分数,单位 g/kg;

V。一试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位 mL;

V。一空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位 mL;

m-试样质量,单位 g;

V—试样分解液总体积,单位 mL;

V₁—蒸馏用试样分解液体积,单位 mL;

14-氮的摩尔质量,单位 g/mol;

- 6.25 一氮换算成粗蛋白的平均系数。
- 2. 精密度分析

对结果的精密度进行分析,以相对极差 A(%)表示,计算公式如下:

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\overline{X}} \times 100$$

式中:

- X_1 一平行测定的最大值;
- X2-平行测定的最小值;
- **X**一平行测定的平均值。

(五) 撰写报告

1. 请完成一份报告,应包括:实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施;实验中的试剂选用和过程记录、数据处理、结果的评价和问题分析。

2. 思考题:

将蒸馏后的吸收液立即用盐酸标准滴定溶液滴定,如何判断滴定终点?

模块二:饲料中总磷的测定 分光光度法

一、健康和安全

请描述本模块涉及的健康和安全问题及预防措施。

二、环保

请描述本模块可能产生的环保隐患和所需采取的预防措施。

三、基本原理

试样中的总磷经消解,在酸性条件下与钒钼酸铵生成黄色的钒钼黄[(NH₄)₃PO₄NH₄VO₃·16MoO₃]络合物,钒钼黄的吸光度值与总磷的浓度成正比,在波长 400nm 下测定试样溶液中钒钼黄的吸光度值,与标准系列比较定量。

四、目标

- 1. 准备实验方案所需的溶液
- 2. 根据实验方案配制标准系列溶液
- 3. 配制待测试样溶液
- 4. 测定试样中总磷含量
- 5. 完成报告

完成工作的总时间是180分钟。

五、实验操作的仪器设备、试剂和解决方案

(一)仪器设备、试剂清单

主要设备 电子天平(精度 0.01g、0.0001g) 紫外-可见分光光度计(配备 1cm 石英比色皿 2 个)

	过滤装置
玻璃器皿	烧杯 (50mL、100mL)
	量筒 (5mL、10mL、25mL、100mL)
	分刻度吸量管 (5mL、10mL)
	容量瓶 (100mL、250mL)
	实验室常见其他玻璃仪器
药品试剂	硝酸: 分析纯
	盐酸 1+1
	钒钼酸铵显色剂溶液
	磷标准储备溶液
	去离子水
试样	奶牛预混合饲料

(二)实验方案

1. 试样的计算

根据提供的饲料试样中总磷含量, 计算应称取饲料试样的质量 (g), 并写出计算过程。

2. 磷标准工作曲线的绘制

- (1)配制标准溶液系列:根据提供的磷标准储备溶液配制合适浓度的标准工作液,用吸量管准确移取不同体积的磷标准工作溶液分别至7个100mL容量瓶中,然后加入10mL钒钼酸铵显色剂溶液,用水稀释至刻度,摇匀、静置10min以上。
- (2)绘制标准曲线:以不含磷标准溶液为空白溶液做 参比,在400nm波长处,测定7个磷标准系列溶液的吸光度。 以浓度为横坐标,以相应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

3. 试样的测定

根据提供的待测饲料试样总磷含量范围, 计算应该称取

的试样质量,减量法称量(精确至 0.1mg),于 100mL 烧杯,缓缓加入盐酸溶液 10mL,使其全部溶解,冷却后转移 100mL容量瓶中,定容,摇匀,过滤,滤液为待测试液。

准确移取一定体积的试液于100mL容量瓶中,按照工作 曲线绘制时的溶液显色方法和测定方法,在400nm波长处进 行吸光度测定。由测得吸光度从工作曲线查出待测溶液中磷 的浓度,计算得出试样中总磷含量。平行测定两份。

(三)结果处理、分析和报告

1. 结果计算

试样中总磷的含量ω, 数值以克每千克 (g/kg)表示, 结果保留 4 位有效数字, 按下式计算:

$$\omega = \frac{\rho_x \times n \times V}{m \times 1000}$$

式中:

ω 一 试样中总磷含量, g/kg;

 ρ_x 一从工作曲线查得的待测溶液中磷浓度, ug/mL;

n-试样溶液的稀释倍数;

V-试样溶液定容后的体积, mL;

m-准确称取的试样质量, g。

2. 误差分析

对试样测定结果的精密度进行分析,以相对极差 A 表示, 结果精确至小数点后 2 位。

计算公式如下:

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\overline{X}} \times 100\%$$

式中:

X₁一平行测定的最大值;

X2-平行测定的最小值;

3. 填写原始数据记录单并撰写报告

请填写原始记录单,并完成一份电子工作报告,内容应包括:实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施,实验原理,关键试样计算过程,数据记录和处理,结果评价和问题分析等。

模块三 饲料鉴别

一、健康和安全

请描述本模块涉及的健康和安全问题及预防措施。

二、环保

请描述本模块可能产生的环保隐患和所需采取的预防措施。

三、基本原理

根据饲料原料的物质形态、外观特征、气味等特性,利用放大镜、显微镜等工具进行原料种类判定和掺假鉴定,并根据国际饲料分类与编码方法进行饲料分类和编码。依据GB/T34269-2017,在显微镜下观察被检物质的外观形态、组织结构、细胞形态及染色特征等,对其种类和品质进行鉴别和评价。

四、目标

- 1. 判定饲料原料样品的种类
- 2. 给出饲料原料的国际分类名称、国际分类编码
- 3. 显微镜正确操作
- 4. 鉴定掺假物质、结果判定
- 5. 完成实验报告

完成工作的总时间是60分钟。

五、仪器设备、试剂和解决方案

(一)仪器设备、试剂清单

工具与耗材	放大镜 2 个
	培养皿、载玻片、盖玻片
	生物显微镜: 可放大 40 倍-500 倍
	点滴板: 黑色和白色
	烧杯 (50mL) 2 个
	抽纸1包
	洗瓶 1 个 (装满去离子水)
	尖头镊子、尖头探针
	实验室其他常用仪器
饲料原料	试样 1-7、试样 11-13、掺假试样 2
试剂	目项划工 化职 10 1 人名默安姆工 10 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1
	│ 悬浮剂 I: 称取 10g 水合氯醛溶解于 10mL 水中, 加入 10mL │
	丙三醇,混匀,置于棕色瓶内

(二)饲料原料准备

从鱼油、大豆油、亚麻籽油、大豆磷脂油、棉籽粕、玉米粉、鱼粉、豆粕、菜籽粕、花生粕、膨化大豆粉、谷朊粉、葵花籽粕/向日葵仁粕、肉骨粉、贝壳粉、鱿鱼膏、鱼溶浆、硫酸铜、小麦粉、麸皮、羽毛粉、花生油、啤酒酵母水解物、大豆浓缩蛋白、磷酸二氢钙、膨润土等饲料原料中随机抽取10种原料,编号:1-7,11-13,同时抽取1种掺假10%的饲料,编号:掺假试样2。

(三)实验

- 1. 每个样品取少许,利用放大镜观察外观、颜色、气味等方法鉴定出 10 种原料的名称,并填写其国际饲料分类编号与分类名称;
- 2. 利用显微镜 对掺假试样 2 进行检测识别, 取少许样 品中于载玻片上, 加两滴悬浮剂 I, 用探针搅拌分散, 浸透均 匀, 加盖玻片, 在生物显微镜下观察。先在低倍镜下搜索观 察, 然后对相应目标进一步放大倍数观察, 记录特征和现象。

鉴定出两种原料的种类并填写其国际饲料分类编号与分类名称。

(四) 结果报告

1. 请完成一份检测报告,应包括:检测过程中必须做好的安全、环保措施;检测记录、结果描述和结果判定。

2. 思考题:

请写出饲料显微镜检查原理是什么?

全国职业院校技能大赛 ZZ044 饲料营养与检测 (中职组)

赛题八

模块一: 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法

一、健康和安全

请描述本模块涉及的健康安全问题及预防措施。

二、环保

请描述本模块可能产生的环保隐患和所需采取的预防措施。

三、基本原理

试样在催化剂作用下, 经硫酸消解, 含氮化合物转化成硫酸铵, 加碱蒸馏使氨逸出, 用硼酸吸收后, 再用盐酸标准滴定溶液滴定, 测出氮含量, 乘以 6.25, 计算出粗蛋白含量。

四、目标

- 1. 完成实验的准备工作
- 2. 完成标准溶液的标定
- 3. 完成饲料粗蛋白的测定
- 4. 完成报告撰写

完成工作的总时间是240分钟。

五、仪器设备、试剂、试样和解决方案

(一)仪器设备、试剂、试样清单

主要设备	电子天平 (精度 0.0001g、0.01g)
	消煮电炉: 1000W
	凯氏定氮仪: 半自动
玻璃器皿	凯氏烧瓶: 100mL
	容量瓶: 100mL
	滴定管: 50mL, 聚四氟乙烯
	移液管: 10.00mL、20.00mL、25.00mL

	锥形瓶: 250mL
	实验室常见其他玻璃仪器
试剂和溶液	水: GB/T 6682, 三级
	硼酸: 分析纯
	氢氧化钠:分析纯
	硫酸: 分析纯
	无水碳酸钠:基准试剂
	蔗糖: 分析纯
	混合催化剂: 硫酸铜和硫酸钾或硫酸钠混合试剂
	混合指示剂溶液: 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂
	盐酸标准滴定溶液: 待标定
	甲基红乙醇溶液: 0.1g/100mL
	溴甲酚绿乙醇溶液: 0.5g/100mL
试样	鱼饲料

(二)溶液准备

根据现场提供的试剂完成溶液配制。

(三)实验操作

1. 盐酸标准滴定溶液 (0.1mo1/L 或 0.02mo1/L)的标定准确称取无水碳酸钠基准试剂 Xg (精确至 0.1mg),于250mL 锥形瓶中,溶于50mL 水中,加一定量的溴甲酚绿-甲基红混合指示剂,用配制好的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸2min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色,记录滴定体积。平行三次。

盐酸浓度的计算公式: $c(HCl) = \frac{m \times 1000}{(V - V_0) \times M}$ 式中:

m-无水碳酸钠的质量, g;

V-盐酸溶液的体积, mL;

V。一空白试验盐酸溶液的体积, mL;

M—无水碳酸钠的摩尔质量。M(1/2Na₂CO₃)=52.99g/mo1;

c(HC1)一盐酸标准滴定溶液的浓度, mo1/L。

对标定的精密度进行分析,以相对极差 A(%)表示,计算公式如下:

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\overline{X}} \times 100$$

式中:

 X_1 一平行测定的最大值;

X2-平行测定的最小值;

X一平行测定的平均值。

2. 饲料粗蛋白的测定

称取试样 X g (准确至 0.1mg)于凯氏烧瓶中,加入一定量混合催化剂,混匀,加入一定量硫酸和几粒玻璃珠于电炉上加热,待试样焦化、泡沫消失后,再提高加热温度,直至呈透明的蓝绿色,继续加热至完全消化。冷却至室温,加入 20mL 水,转入 100mL 容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀,作为试样分解液。

将半微量蒸馏装置的冷凝管末端浸入装有一定量硼酸 吸收液和 2 滴混合指示剂的锥形瓶中。蒸汽发生器的水中应加入甲基红指示剂数滴,硫酸数滴,在蒸馏过程中保持此液 为橙红色。准确移取一定体积试样分解液于消化管中,加入一定量氢氧化钠溶液,蒸馏、吸收至流出液 PH 值为中性,然后停止蒸馏。将蒸馏后的吸收液用盐酸标准滴定溶液滴定,滴定至终点。

平行测定两份试样,同时做空白试验。

(四)结果处理、分析

1. 粗蛋白含量计算:

试样中粗蛋白质含量以ω计,数值以克每千克 (g/kg) 表示,测定结果为两个平行样的算术平均值,结果保留 4 位 有效数字。按下列公式计算:

$$\omega = \frac{(V_2 - V_0) \times c \times \frac{14}{1000} \times 6.25}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 1000$$

式中:

ω—试样中氮的质量分数,单位 g/kg;

V。一试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位 mL;

V。一空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位 mL;

m-试样质量,单位 g;

V—试样分解液总体积,单位 mL;

V₁—蒸馏用试样分解液体积,单位 mL;

14-氮的摩尔质量,单位 g/mol;

- 6.25 一氮换算成粗蛋白的平均系数。
- 2. 精密度分析

对结果的精密度进行分析,以相对极差 A(%)表示,计算公式如下:

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\overline{X}} \times 100$$

式中:

- X₁一平行测定的最大值;
- X2-平行测定的最小值;
- **X**一平行测定的平均值。

(五) 撰写报告

- 1. 请完成一份报告,应包括:实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施;实验中的试剂选用和过程记录、数据处理、结果的评价和问题分析。
 - 2. 简答题:

蒸馏过程中如何保持蒸汽发生器中的溶液为橙红色?

以上内容仅为本文档的试下载部分,为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文,请访问: https://d.book118.com/84521033310
4011123