

纤维测定仪测定饲料中的酸性洗涤木质素含量

代志鹏, 王肇中, 王梦洁

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要:使用纤维测定仪测定饲料中的酸性洗涤木质素含量, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 木质素; 含量

根据 Van Soest 方法结合海能 F800 纤维测定仪测定饲料中酸性洗涤木质素的含量原理如下: 样品经酸性洗涤剂消煮后, 得到残渣成分为纤维素、木质素和硅酸盐, 再经 12mol/L 硫酸常温下消解, 洗去纤维素得到残渣成分为木质素和硅酸盐; 再将样品经高温灰化, 通过得硅酸盐重量, 通过差重法得出酸性洗涤木质素含量。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

F800 纤维测定仪; 旋风磨; 分析天平; 鼓风干燥箱; 100mL 量筒; 干燥器。

1.2 试剂

实验用水应符合 GB/T6682 中三级用水的规格, 使用试剂除特殊说明外, 均为分析纯。硫酸; 十六烷基三甲基溴化铵(C₁₉H₄₂NBr, CTAB); 丙酮(CH₃COCH₃); 石油醚(60~90°C); 盐酸; 正辛醇(C₈H₁₈O, 消泡剂)。

酸性洗涤剂(2%十六烷基三甲基溴化铵溶液): 称取 20gCTAB 溶解于 1000mL1.00mol/L 硫酸(1/2H₂SO₄)溶液中, 搅拌溶解。

滤器辅料: 硅藻土(在 500°C下灰化 1h, 放入坩埚内)。

2 实验方法

2.1 样品制备

用旋风磨将其粉碎, 过 40 目分样筛; 精确称取干燥样品约 1g(记为 m), 放入灰化好并带有硅藻土的坩埚内。

2.2 酸性洗涤剂消煮

消煮管内添加 100mL 酸性洗涤剂, 微沸状态下消煮 60min, 抽滤并洗涤数次至无泡沫。

2.3 洗涤

使用冷浸提装置, 先后加入丙酮和石油醚, 浸润 5min, 洗涤直至滤液变为无色, 并抽

干。

2.4 消解

在冷浸提装置中用 12mol/L 的硫酸溶液消解 3h，并抽滤，洗涤至中性。

2.5 干燥

放入干燥箱内，以 105℃烘干至少 4h，冷却称重 m_1 。

2.6 灰化

在马弗炉中 500℃±25℃灰化 2h，或者灰化至恒重，冷却称重为 m_2 。

3 结果与讨论

3.1 实验结果

$$\square\text{该剪}\square\text{化霉栏}\text{—}\%=\frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$

其中:

m_2 —灰化后坩埚、硅藻土及样品残渣重, g

m_1 —烘干后坩埚、硅藻土及样品残渣重, g

m —试样(未脱脂)质量, g

编号	m(g)	m_1 (g)	m_2 (g)	酸性洗涤木质素含量(%)	平均值(%)
1	1.0121	33.2453	33.1879	5.67	
2	1.0341	32.4830	32.4271	5.41	5.46
3	1.0096	32.2218	32.1683	5.30	

3.2 结论

《GB/T 20805-2006 饲料中酸性洗涤木质素(ADL)的测定》中对于重复性规定: 每个试样做两个平行测定, 取平均值为分析结果, 方法允许相对偏差≤10%。实验各样品三次独立测定结果相对偏差符合标准要求。

4 注意事项

若样品中脂肪含量≥10%，可先在冷浸提装置中使用石油醚脱脂。若实验过程中，出现较多泡沫，可滴入几滴正辛醇消泡。消煮过程中，若样品出现挂壁现象，可使用相应洗涤剂将其冲洗下来。排废过程中，若出现样品因抽滤成饼造成抽滤困难时，可采用反冲功能，从而使排废顺利进行。

参考文献:

[1] GB/T 20805-2006 饲料中酸性洗涤木质素(ADL)的测定[S].

中国仪器仪表学会