

纤维测定仪测定红木苹果木中的纤维素、半纤维素及木质素含量

1 前言

木材是能够次级生长的植物，如乔木和灌木，所形成的木质化组织。这些植物在初生生长结束后，根茎中的维管形成层开始活动，向外发展出韧皮，向内发展出木材。其在自然界中广泛存在，是人类最易获得的生产生活材料之一。测试其纤维素、半纤维素及木质素含量可以为其综合利用提供重要依据。

本实验将使用采用范氏 (Van Soest) 的洗涤纤维分析法使用 F800 纤维测定仪对红木和苹果木中的纤维素、半纤维素及木质素进行测定。

2 仪器与试剂

2.1 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。



F800 纤维测定仪

2.2 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。

十二烷基硫酸钠 ($C_{12}H_{25}NaSO_4$)；乙二胺四乙酸二钠 ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)；四硼酸钠

($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)；无水磷酸二氢钠(Na_2HPO_4)；乙二醇乙醚($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$)；正辛醇($\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}$ ，消泡剂)；丙酮(CH_3COCH_3)；硫酸；十六烷基三甲基溴化铵($\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{NBr}$, CTAB)；石油醚(60~90°C)；盐酸；滤器辅料：硅藻土(在500°C下灰化1h，放入坩埚内)。

中性洗涤剂(3%十二烷基硫酸钠溶液)：称取18.6g乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)和6.8g四硼酸钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)，放入100mL烧杯中，加适量蒸馏水溶解(可加热)，再加入30g十二烷基硫酸钠($\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaSO}_4$)和10mL乙二醇乙醚($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$)；称取4.56g无水磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)置于另一烧杯中，加蒸馏水加热溶解，冷却后将上述两溶液转入1000mL容量瓶并用水定容。此溶液pH值6.9~7.1(pH值一般不用调整)。

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($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$)溶液中，搅拌溶解。

3 实验方法

3.1 样品制备

将样品进行粉碎，精确称取样品约1g(记为m)，放入灰化好并带有硅藻土的坩埚(记为 m_1)内。

3.2 中性洗涤剂消煮

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

3.3 洗涤

使用冷浸提装置，先后加入丙酮和石油醚，洗涤直至滤液变为无色，并抽干。

3.4 干燥

放入干燥箱内，以130°C烘干至少2h，冷却称重 m_2 。

3.5 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。

3.6 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。

3.7 干燥

放入干燥箱内，以 130°C 烘干至少 2h，冷却称重 m_3 。

3.8 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。

3.8 干燥

放入干燥箱内，以 105°C 烘干至少 4h，冷却称重 m_4 。

3.9 灰化

在马弗炉中 500°C ± 25°C 灰化 2h，或者灰化至恒重，冷却称重为 m_5 。

4 结果与讨论

4.1 实验结果

$$\text{半纤维素}\% = \frac{m_3 - m_2}{m} \times 100$$

$$\text{纤维素}\% = \frac{m_4 - m_3}{m} \times 100$$

$$\text{木质素}\% = \frac{m_5 - m_4}{m} \times 100$$

样品名称	样品重量 g	半纤维素含量%	平均值%	纤维素含量%	平均值%	木质素含量%	平均值%
红木	1.0123	13.30	13.37	42.20	42.27	32.87	32.48
	1.0732	13.45		42.27		32.01	
	1.0329	13.37		42.33		32.57	
苹果木	1.0219	18.59	18.53	30.49	30.45	23.48	23.56
	1.0182	18.42		30.66		23.17	
	1.0235	18.58		30.20		24.03	

4.2 结论

本次测试的红木样品半纤维素含量为 13.37%，纤维素含量为 42.27%，木质素含量为 32.48%；苹果木样品半纤维素含量为 18.53%，纤维素含量为 30.45%，木质素含量为 23.56%。

《GB/T 20806-2006 饲料中中性洗涤纤维(NDF)的测定》、《NY/T 1459-2007 饲料中酸性洗涤纤维的测定》及《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：每试样称取两个平行样进行测定，取平均值为分析结果，允许相对偏差 $\leq 3\%$ 。实验各样品三次独立测定结果相对偏差均小于 3%，符合标准要求。

参考文献

- [1] GB/T 20806-2006 饲料中中性洗涤纤维(NDF)的测定[S].
- [2] NY/T 1459-2007 饲料中酸性洗涤纤维的测定[S].
- [3] GB/T 20805-2006 饲料中酸性洗涤木质素(ADL)的测定[S].