

# 滤袋式纤维分析仪测定饲料中的酸性洗涤木质素含量

## 1 前言

粗纤维的测定方法虽然对饲料工业和畜牧业的发展起到了至关重要的作用，但不能给出饲料中纤维成分更精确的信息，同时也不能反映家畜利用纤维物质的真实情况。因为由 Van Soest 等人提出的中性洗涤纤维测定方法、酸性洗涤纤维测定方法和酸性洗涤木质素测定方法得到广泛应用。由于酸性洗涤木质素实验的酸性洗涤剂消煮的部分与酸性洗涤纤维实验相同，因此进行此实验室也可得出酸性洗涤纤维的结果。本实验使用 F2000 全自动纤维分析仪对饲料中酸性洗涤木质素的含量进行检测。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

F2000 全自动纤维分析仪；F2000-B 冷浸提（选配）；500mL 烧杯；高速粉碎机；分析天平；鼓风干燥箱；箱式电阻炉；封口机；油性签字笔；自封袋；干燥器；0.42mm 筛。

### 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。

硫酸；十六烷基三甲基溴化铵( $C_{19}H_{42}NBr$ , CTAB)；丙酮( $CH_3COCH_3$ )；石油醚(30~60°C)； $\alpha$ 高温淀粉酶（活性 100kU/g，105°C，工业级）。

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( $1/2H_2SO_4$ )溶液中，搅拌溶解。

注：十六烷基三甲基溴化铵对粘膜有刺激，需戴口罩。

12mol/L 硫酸( $H_2SO_4$ )洗涤溶液：准确移取 666.0mL 或称取 1235.5g 硫酸 ( $\rho=1.84$ ，

96%~98%) 慢慢倒入内装 300mL 蒸馏水的烧杯内, 注意不断搅拌和冷却, 并用水定容至 1000mL。

### 3 实验方法

#### 3.1 样品制备

将样品粉碎并过 0.42mm 筛, 样品装入自封袋内备用。

精确称取样品约  $0.5g \pm 0.05g$  记为  $m$ , 放入使用油性签字笔标记好的滤袋中。

将封口机加热档位调至 3-4 档, 将滤袋封口。封口后再次对滤袋称重记为  $m_0$ 。

#### 3.2 脱脂

将已封口的滤袋置于 500mL 烧杯中, 加入石油醚, 加入的量以漫过滤袋为准, 浸泡 10min, 浸泡结束用手轻轻挤压滤袋沥干石油醚, 并在铁丝网上晾干备用。

#### 3.3 消煮与洗涤

将滤袋置于样品架中, 将样品架置于消煮罐内, 设置实验方法后, 仪器自动进行消煮并洗涤。参数设置如下表。

|    |       |
|----|-------|
| 加液 | 酸性洗涤剂 |
| 消煮 | 80 分钟 |
| 洗涤 | 4 次   |

#### 3.4 丙酮洗涤

待消煮结束。将滤袋取出沥干水分后置于 500mL 烧杯中, 加入丙酮, 加入的量以漫过滤袋为准, 浸泡 10min, 浸泡结束用手轻轻挤压滤袋沥干丙酮, 并在铁丝网上晾干。

### 3.5 干燥\* (若无需测试酸洗洗涤纤维含量, 此步骤可跳过)

将滤袋放入干燥箱内, 以 100°C 烘干至少 2h 或烘干至恒重, 烘干结束将滤袋放入自封袋中冷却, 冷却后称重  $m_1$ 。

### 3.6 酸洗

在 F2000-B 冷浸提装置或烧杯中用 12mol/L 的硫酸溶液消解, 在 20~25°C 保持 3h, 然后用热水洗涤至中性。

### 3.7 干燥

将滤袋沥干水分后放入干燥箱内, 以 100°C 烘干至少 2h 或烘干至恒重, 烘干结束将滤袋放入自封袋中冷却, 冷却后称重  $m_1$ 。

### 3.8 灰化

准备好瓷坩埚并称重记为  $m_2$  (取干净的坩埚, 在 600°C 马弗炉中灼烧至少 30 分钟), 将滤袋放在瓷坩埚内, 并在 600°C 马弗炉中灰化 2h, 冷却称重坩埚记为  $m_3$ 。

## 4 实验结果

### 4.1 实验结果

酸性洗涤木质素计算公式为,

$$\text{酸性洗涤木质素含量}(\%) = \frac{m_1 - (m_0 - m) - (m_3 - m_2)}{m} \times 100\%$$

其中,  $m_0$ ——滤袋和试样重量, g;

$m_1$ ——100°C 烘干后滤袋及试样残渣重, g (由步骤 3.7 得到的重量);

$m$  —— 试样质量, g;

$m_2$ ——坩埚的重量，g；

$m_3$ ——坩埚及灰分的重量，g。

酸性洗涤纤维计算公式为，

$$\text{酸性洗涤纤维}(\%) = \frac{m_1 - (m_0 - m)}{m} \times 100\%$$

其中， $m_0$ ——滤袋和试样重量，g；

$m_1$ ——100℃烘干后滤袋及试样残渣重，g（由步骤 3.5 得到的重量）；

$m$  —— 试样质量，g。

| 样品名称 | m/g    | 酸性洗涤木质素<br>含量% | 平均值% | 过滤法% |
|------|--------|----------------|------|------|
| 玉米秸秆 | 0.5012 | 9.16           | 9.05 | 9.10 |
|      | 0.5022 | 8.98           |      |      |
|      | 0.5136 | 9.02           |      |      |

## 4.2 结论

此次测试的玉米秸秆中的酸性洗涤木质素含量为 9.05%，测试结果与过滤法结果无显著差异，滤袋法可批量处理样品，明显提高实验工作效率。

## 参考文献

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

## 注意事项

1) 此方法对于所有样品均需石油醚脱脂。

- 2) 对于秸秆及牧草类密度较低样品，取样时可称取 0.5g 为宜。
- 3) 滤袋应保存在干燥通风的环境中，防止滤袋吸收过多水分。
- 4) 滤袋封口时，封口机档位调至 3-4 档，用力按压封口机约 5s 后松开，3s 后将滤袋取下。
- 5) 配制酸性洗涤剂时，在加入十六烷基三甲基溴化铵后使用玻璃棒搅拌溶液使其溶解，完全溶解约需 2~3 小时。
- 6) 对于淀粉含量高的样品，可在消煮时加入 0.2mL/样品 $\alpha$ 高温淀粉酶。