

纤维测定仪测定单宁酸中的粗纤维含量

1 前言

丹宁酸别名有鞣质、单宁、Tannin，是一种黄色或淡棕色轻质无晶性粉末或鳞片，有特异微臭，味极涩。为收敛剂，能沉淀蛋白质，与生物碱、甙及重金属等均能形成不溶性复合物。因此丹宁酸在印染行业用做酸性染料或酸性媒染染料。本实验对单宁酸粉末中的粗纤维进行测定。

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。

硫酸溶液：0.13mol/L；氢氧化钾溶液：0.23mol/L；丙酮；石油醚；正辛醇（消泡剂）；硅藻土（在 500°C 下灰化 1h，放入坩埚内）

3 实验方法

3.1 样品制备

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内。

3.2 酸消煮

将带有试样的坩埚置于 F800 上，并压紧坩埚，检查密封无误后，向消煮管内添加 150mL 硫酸溶液，加热至微沸状态下消煮 30min，然后抽滤并用热水洗涤数次至中性（约 4~5 次）。

3.3 脱脂

将坩埚放在在冷提取装置上，在真空条件下，试样用石油醚脱脂 3 次，每次用石油醚 30mL。每次洗涤后抽滤至干燥。

3.4 碱消煮

向消煮管内添加 150mL 氢氧化钾溶液，加热至微沸状态下消煮 30min，然后抽滤并用热水洗涤数次至中性（约 4~5 次）。洗涤时应尽量将消煮管内的样品残渣洗涤至坩埚中。

3.5 干燥

将坩埚放入干燥箱内，以 130°C 烘干至少 2h 或烘干至恒重，冷却称重 m_1 。

3.6 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_2 。

4 实验结果

4.1 实验结果

$$\text{粗纤维 (\%)} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$

其中， m_1 ——130℃烘干后坩埚及试样残渣重，g

m_2 ——500℃灼烧后坩埚及试样残渣重，g

m —— 试样（未脱脂）质量，g

样品名称	m(g)	m_1 (g)	m_2 (g)	粗纤维含量(%)	平均值(%)
单宁酸	1.0123	34.2013	34.1812	1.99	1.92
	1.0463	32.3116	32.2920	1.87	
	1.0989	32.9264	32.9055	1.90	

4.2 结论

此次测试的单宁酸粉末中的粗纤维含量为 1.92%。

注意事项

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。