

纤维测定仪测定有机肥中的纤维素、半纤维素及木质素含量

1 前言

有机肥主要来源于植物和(或)动物，施于土壤以提供植物营养为其主要功能的含碳物料。经生物物质、动植物废弃物、植物残体加工而来。纤维素可以采用范氏 (Van Soest) 的洗涤纤维分析法测定中性洗涤纤维 (NDF) 和酸性洗涤纤维 (ADF) 的原理进行测定。植物性饲料经中性洗涤剂煮沸处理，不溶解的残渣为中性洗涤纤维，主要为细胞壁成分，其中包括半纤维素、纤维素、木质素和硅酸盐。植物性饲料经酸性洗涤剂处理，剩余的残渣为酸性洗涤纤维，其中包括纤维素、木质素和硅酸盐。酸性洗涤纤维经 72%硫酸处理后的残渣为木质素和硅酸盐，从酸性洗涤纤维值中减去 72%硫酸处理后的残渣为饲料的纤维素含量。将 72%硫酸处理后的残渣灰化，在灰化过程中逸出的部分为酸性洗涤木质素 (ADL) 的含量。

本实验将使用采用范氏 (Van Soest) 的洗涤纤维分析法使用 F800 纤维测定仪对有机肥中的纤维素、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。

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 (C₁₂H₂₅NaSO₄)；乙二胺四乙酸二钠 (C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂•2H₂O)；四硼酸钠 (Na₂B₄O₇•10H₂O)；无水磷酸二氢钠 (Na₂HPO₄)；乙二醇乙醚 (C₄H₁₀O₂)；正辛醇 (C₈H₁₈O)，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

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%
有机肥	1.0042	13.31	13.28	27.14	27.11	12.39	12.40
	1.0105	13.26		27.08		12.38	
	1.0079	13.28		27.11		12.44	

其中：
$$\text{半纤维素含量} = \frac{m_3 - m_2}{m} \times 100$$

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

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

4.2 结论

本次测试的有机肥样品半纤维素含量为 13.28%，纤维素含量为 27.11%，木质素含量为 12.40%。《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].

注意事项

此样品在抽滤过程中易形成滤饼，使抽滤较难进行，因此应适时采用反吹功能将滤饼打散，并增加抽滤时间。