

滤袋式纤维分析仪测定合欢树叶中的纤维素和木质素含量

一、前言

合欢是豆科合欢属落叶乔木树种，在我国大多数地方都有分布，尤其秦岭淮河以南最为常见。合欢树叶营养价值很高，适口性好并且蛋白质含量丰富，还富含胡萝卜素和多种维生素，是一种优质的饲料。测定其纤维素及木质素含量可对其在饲料中的应用提供参考价值。纤维素是酸性洗涤纤维与木质素的差值，因此测定样品的酸性洗涤纤维含量及木质素含量后即可得出纤维素和木质素含量。本实验将参照《NT/Y 1459 饲料中酸性洗涤纤维（ADF）的测定》和《GB/T 20805 饲料中酸性洗涤木质素（ADL）的测定》使用 F2000 全自动纤维分析仪对合欢树叶纤维素和木质素的含量进行检测。

二、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 (C₁₉H₄₂NBr, CTAB)；丙酮 (CH₃COCH₃)；石油醚 (30~60℃)。

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。

注：十六烷基三甲基溴化铵对粘膜有刺激，需带口罩。

12mol/L 硫酸 (H₂SO₄) 洗涤溶液：准确移取 666.0mL 或称取 1235.5g 硫酸 (ρ=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。

三、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±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 m₀。

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。参数设置如表 1 所示。

加液	酸性洗涤剂
消煮	90 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*（完成此步骤后即可计算酸性洗涤纤维含量）

将滤袋放入干燥箱内，以 100℃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 常温酸消解

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℃保持 3h，然后用热水洗涤至中性（清洗次数应大于 10 次，以保证彻底将酸液清洗干净）。

3.7 干燥

将滤袋沥干水分后放入干燥箱内，以 100℃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 500℃-600℃马弗炉中灼烧至少 30 分钟），将滤袋放在瓷坩埚内，并在 500℃-600℃马弗炉中灰化 2h 或灰化至恒重，将坩埚转移至干燥器中冷却并称重为 m_3 。

四、结果与讨论

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℃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，

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

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。

纤维素计算公式为，

纤维素含量 (%) = 酸性洗涤纤维含量 - 酸性洗涤木质素含量

实验选取的合欢树叶样品经测定，得到实验结果如表 2 所示：

样品名称		纤维素含量	平均值	木质素含量	平均值
4.2、结论	合欢树叶	18.95 %	19.01%	14.39 %	14.38%
		18.90 %		14.47 %	
		19.17 %		14.29 %	
本次测		试的合欢树			
叶的纤维素		含 量 为			

试的合欢树
含 量 为

19.01%、木质素含量为 14.38%。

五、注意事项

1、使用油性签字笔标记滤袋，以防实验过程中笔迹消失。

2、干燥及灰化过程以至其恒重为准，给出的时间仅为参考值，操作时以实际情况为准。恒重标准一般为两次称重的差值小于 2mg。

3、在进行步骤 3.6 常温酸消解时应确保将酸液清洗干净，否则滤袋烘干之后会呈现灰色印记，影响识别滤袋编号。

参考文献

- [1] NT/Y 1459 饲料中酸性洗涤纤维（ADF）的测定[S] .
- [2] GB/T 20805 饲料中酸性洗涤木质素（ADL）的测定[S] .