

滤袋式纤维分析仪测定饲料中的酸性洗涤木质素含量

一、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，因此进行此实验时也可得出酸性洗涤纤维的结果。本实验将使用酸性洗涤剂和 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。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

F2000 全自动纤维分析仪；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；1mm 筛。

2.2、试剂

硫酸；

丙酮(CH_3COCH_3)；

石油醚 (30~60℃)；

十六烷基三甲基溴化铵($\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{NBr}$, CTAB)；

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；

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（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(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。

三、实验方法

3.1 样品制备

将样品粉碎并过 1mm 筛，样品装入自封袋内备用。取经 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥 2h、在干燥器中冷却至室温的滤袋，称量，精确至 0.0001g。称取试样 0.5g，精确至 0.0001g，装入滤袋内，试样体积一般不超过滤袋容量的 1/2，将封口机加热档位调至 3-4 档，将滤袋封口。如太满，可适当减小称样量，但不得低于 0.2g。

若试样脂肪含量超过 5%，则需按 3.2 进行预先脱脂，若试样脂肪含量不超过 5%，则直接从 3.3 开始。
若试样脂肪含量未知，建议预先脱脂。

3.2 脱脂

将装有试样的滤袋放入烧杯中，置于通风厨中，加入丙酮或石油醚，使样品完全浸没，浸泡 5 min，期间用玻璃棒轻轻搅拌翻动 2 次，或取出滤袋反复浸没 2 次，倒去烧杯中的丙酮或石油醚。取出滤袋，放在滤纸上，轻轻挤压去除滤袋上的丙酮或石油醚，在通风厨中挥发 30 min，去除残余丙酮或石油醚。

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	中性洗涤剂
消煮	90 分钟
洗涤	4 次

3.4 丙酮脱脂

将消煮后的滤袋放入干净烧杯，置于通风厨中，加入丙酮，使样品完全浸没，浸泡 5 min，期间用玻璃棒轻轻搅拌翻动 2 次，或取出滤袋反复浸没 2 次，倒去烧杯中的丙酮。取出滤袋，放在滤纸上，轻轻挤压去除滤袋上的丙酮，在通风厨中干燥 30 min，去除残余丙酮。

3.5 干燥*（若无需测试酸洗洗涤纤维含量，此步骤可跳过）

将脱脂后的滤袋置于干燥箱中， $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ （5.3.4）干燥4h，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至0.000 1 g，直至连续两次称量的差值不超过2mg。

3.6 酸洗

将滤袋在烧杯中用 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。

3.7 干燥

将滤袋置于干燥箱中， $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ （5.3.4）干燥4h，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至0.000 1 g，直至连续两次称量的差值不超过2mg。

3.8 灰化

将烘干、称重后的滤袋放入已恒重的坩埚中，置于电炉或电热板上，小心加热至滤袋和残渣完全炭化，于 $600\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灰化 3 h，取出坩埚，初步冷却后，在尚温热时置于干燥器中，冷却至室温，然后称量坩埚及灰分质量，精确至 0.000 1 g，直至连续两次称量的差值不超过 2mg。

3.9 空白测定

用空白滤袋，不加样品，按3.3至3.8进行空白试验。灰化引起的质量损失不应超过空白滤袋的质量。

四、结果与讨论

4.1 实验结果

试样中酸性洗涤木质素的含量以质量分数 w_2 计，数值以百分含量（%）表示，按公式（1）计算：

$$w_2 = \frac{(m_7 - m_5) - (m_{b5} - m_{b4}) - (m_4 - m_3)}{m_6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_6 ——试样质量，单位为克（g）；

m_5 ——滤袋质量，单位为克（g）；

m_7 ——滤袋和试样残渣干燥后的质量，单位为克（g）；

m_{b4} ——空白试验滤袋质量，单位为克（g）；

m_{b5} ——空白试验滤袋经消煮干燥后的质量，单位为克（g）；

m_3 ——坩埚质量，单位为克（g）；

m_4 ——坩埚、滤袋和试样残渣灰化后的质量，单位为克（g）；

样品名称	样品质量/g	酸性洗涤木质素含量%	平均值%	过滤法%
玉米秸秆	0.5012	9.16	9.05	9.20
	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差异较小。

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) 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。
- 2) 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。