

纤维测定仪测定秸秆中的纤维素、半纤维素及木质素含量

1 前言

中国秸秆资源丰富，但是大部分被当作肥料直接还田或者被当作燃料烧掉，随着科技的发展，一些较深层次的秸秆加工技术应运而生，如秸秆生物质气化技术、颗粒炭化技术、秸秆纤维的生物转化等。农作物秸秆的基本物理化学特性是其综合利用的重要依据，秸秆的基本组织是纤维素、半纤维素及木质素，其含量的多少为其综合利用提供了重要依据。

本实验将使用采用范氏 (Van Soest) 的洗涤纤维分析法使用 F800 纤维测定仪对小麦秸秆中的纤维素、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 ($C_{12}H_{25}NaSO_4$)；乙二胺四乙酸二钠 ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)；四硼酸钠 ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)；无水磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4)；乙二醇乙醚 ($C_4H_{10}O_2$)；正辛醇 ($C_8H_{18}O$ ，消泡剂)；丙酮 (CH_3COCH_3)；硫酸；十六烷基三甲基溴化铵 ($C_{19}H_{42}NBr$, 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 ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)和 6.8g 四硼酸钠 ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)，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($C_{12}H_{25}NaSO_4$)和 10mL 乙二醇乙醚($C_4H_{10}O_2$); 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($1/2H_2SO_4$)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 $130^{\circ}C$ 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

$$\text{半纤维素}\% = \frac{m_3 - m_2}{m} \times 100$$

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

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

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%
小麦秸秆	0.9392	29.79	29.86	32.19	32.25	8.09	8.11
	0.9203	29.88		32.26		8.14	
	0.9307	29.91		32.30		8.10	

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%
水稻秸秆	0.9749	33.52	33.37	26.46	26.56	6.99	6.97
	0.9765	33.26		26.55		7.02	
	0.9983	33.33		26.67		6.89	

4.2 结论

本次测试的小麦秸秆样品半纤维素含量为 29.86%，纤维素含量为 32.25%，木质素含量为 8.11%；水稻秸秆样品半纤维素含量为 33.37%，纤维素含量为 26.56%，木质素含量为 6.97%。

《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。