



中华人民共和国国家标准

GB/T 20805—2006

饲料中酸性洗涤木质素(ADL)的测定

Determination of acid detergent lignin in feedstuffs

2006-12-20 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：中国农业科学院畜牧兽医研究所。

本标准参加起草单位：内蒙古畜牧科学院、浙江大学、内蒙古农业大学、福建长富乳业集团公司和河北省畜牧兽医研究所等。

本标准起草人：王加启、于建国、吴克谦、卢德勋、刘建新、侯先志、孙荣鑫、李英。

引 言

粗纤维的测定方法(weende法)已沿用了一个多世纪,对饲料工业和畜牧业的发展起到了非常重要的作用。但粗纤维的测定不能给出饲料中纤维素成分更准确的信息,也不能反映家畜利用纤维物质的真实情况,因而更合理的纤维素成分分析方法被相应开发出来。其中 Van Soest 等人提出的中性洗涤纤维测定方法、酸性洗涤剂测定方法和木质素的测定方法被广泛采用。

本标准源于 1970 年由 Goering 和 Van Soest 提出的,1991 年经 Van Soest 改进的方法,简称范氏法,1992 年被收录入 AOAC 方法中。

1975 年中国农业科学院畜牧兽医研究所将该法译成中文,并根据我国国情设计制造了成套仪器,在全国推广使用。1993 年此法列入我国农业高校教材。

饲料中酸性洗涤木质素(ADL)的测定

1 范围

本标准规定了饲料中酸性洗涤木质素(ADL)的测定方法。

本标准适用于各种单一饲料和配合饲料。

本标准不适用于无机盐类饲料添加剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

酸性洗涤木质素(ADL) acid detergent lignin

经酸性洗涤剂 and 浓酸处理除去饲料中的脂肪、淀粉、蛋白质、糖类和纤维素等成分后,残留的不溶解物质的总称。

4 原理

植物性饲料如一般饲料、牧草和青贮等粗饲料在规定温度下分别经酸性洗涤剂和浓酸处理,可分解大部分细胞内容物,如脂肪、蛋白质、糖类和纤维素等,不溶解的残余物称为酸性洗涤木质素。

5 仪器和器皿

5.1 植物样品粉碎机或研钵。

5.2 试验筛:孔径 0.42 mm(40 目)。

5.3 分析天平:分度值 0.000 1 g。

5.4 电热恒温箱。

5.5 高温电阻炉。

5.6 30 mL 玻璃砂漏斗(G₂)。

5.7 干燥器:无水氯化钙或变色硅胶为干燥剂。

5.8 抽滤装置:抽滤瓶和真空泵或水抽装置。

5.9 浅搪瓷盘或 50 mL 烧杯。

5.10 消煮器:配冷凝球 600 mL 高型烧杯或配冷凝管的三角瓶。

6 试剂和溶液

本标准所用水,一律指 GB/T 6682 中三级水,试剂均为分析纯。

6.1 硫酸($\rho=1.84,96\%\sim98\%$)。

6.2 酸洗石棉:将市售酸洗石棉在 800°C 高温电阻炉内灼烧1 h,冷却后用 12.0 mol/L 硫酸(H_2SO_4)洗涤溶液浸泡4 h,过滤,用水洗至中性,在 105°C 烘干备用。

6.3 12.0 mol/L 硫酸(H_2SO_4)洗涤溶液:准确移取 666.0 mL 或称取 $1\,235.5\text{ g}$ 硫酸($\rho=1.84,96\%\sim98\%$)慢慢倒入内装 300 mL 蒸馏水的烧杯内,注意不断搅拌和冷却,并用水定容至 1000 mL ,必要时用标准氢氧化钠溶液标定(按GB/T 601)。

6.4 十六烷基三甲基溴化铵($\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{NBr}$,CTAB)。

6.5 酸性洗涤剂(2% 十六烷基三甲基溴化铵溶液):称取 20 g CTAB溶于 $1\,000\text{ mL}$ 1.00 mol/L 硫酸($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$)溶液中,搅拌溶解,必要时过滤。

6.6 1.00 mol/L 硫酸($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$)溶液:将 27.87 mL 硫酸慢慢倒入内装 500 mL 水的烧杯中,搅拌冷却后用水定容至 $1\,000\text{ mL}$,必要时可用 1 mol/L 氢氧化钠标准溶液标定(GB/T 601)。

6.7 正辛醇($\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}$,消泡剂)。

6.8 α -高温淀粉酶(活性 100 kU/g , 105°C ,工业级)。

7 测定步骤

7.1 样品采集

按GB/T 14699.1执行。

7.2 试样制备

将采样的样品用四分法缩分至 200 g 左右,风干或 65°C 烘干,用植物粉碎机或研钵将样品粉至过孔径 0.42 mm 试验筛(40目),封入样品袋,作为试样。

7.3 消煮

根据饲料样品中纤维的含量,称取 $1.000\text{ g}\sim2.000\text{ g}$ 试样(m)于 600 mL 高型烧杯中,用量筒加入 100 mL 酸性洗涤剂和2滴 ~3 滴正辛醇。

将烧杯放在消煮器上,盖上冷凝球,开冷却水冷却,快速加热至沸,并调节功率保持微沸状态,消煮1 h。(如果样品中脂肪含量大于 10% ,应先用乙醚进行脱脂后再消煮;如果饲料样品中淀粉含量高,可加 0.3 mL α -高温淀粉酶再消煮测定)。

7.4 酸洗

将 G_2 玻璃砂漏斗(内铺 1.000 g 酸洗石棉)预先在 105°C 烘箱中恒量,趁热将消煮液倒入抽滤,抽干后将玻璃砂漏斗放在浅搪瓷盘或 50 mL 烧杯中,加入 15°C 12.0 mol/L 硫酸(H_2SO_4)洗涤溶液至半满,用玻璃棒打碎结块,搅成均匀糊状。

根据硫酸流出量,随时加入 12.0 mol/L 硫酸(H_2SO_4)洗涤溶液,保持在 $20^{\circ}\text{C}\sim25^{\circ}\text{C}$ 消解3 h。立即抽滤,并用热水洗至中性(pH值试纸检验)。

7.5 干燥、称量

将玻璃砂漏斗和残余物放入 105°C 干燥箱干燥4 h至恒量,在干燥器内冷却30 min后称量(m_1)。再将玻璃砂漏斗移入 500°C 高温电阻炉内灼烧3 h $\sim$ 4 h,至无炭粒为止。冷却至 100°C 后放入干燥器内冷却30 min再称量(m_2)。再将玻璃砂漏斗放入 500°C 高温电阻炉内再灼烧30 min,冷却称量直至两次称量之差 $<0.002\text{ g}$ 为恒量。

7.6 空白

按同样步骤称取 1.000 g 酸洗石棉测定空白值(m_0)。如果空白值小于 0.002 g ,则该批的酸洗石棉的空白值可以不再测。

8 结果计算

8.1 计算

酸性洗涤木质素(ADL)的质量分数以 w 表示,数值以%计,按(1)计算:

$$w = \frac{m_1 - m_2 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——硫酸洗涤后玻璃砂漏斗和残余物质的总质量,单位为克(g);

m_2 ——灰化后玻璃砂漏斗和灰分质量,单位为克(g);

m_0 ——1.000 g 酸洗石棉空白值,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g)。

8.2 重复性

每个试样做两个平行测定,取平均值为分析结果,方法允许相对偏差 $\leq 10\%$ 。