

应用滤袋技术测定粗纤维（CF）的方法

ANKOM A200i 型半自动纤维分析仪

A 试剂

- (a) 硫酸溶液— 0.255 ± 0.005 N。1.25 g 硫酸/100 mL 蒸馏水(溶液浓度需要通过滴定核查)。
- (b) 氢氧化钠溶液— 0.313 ± 0.005 N。1.25 g 氢氧化钠/100 mL 蒸馏水。

B. 安全注意

- (a) 丙酮易燃，操作时应在通风橱中进行，避免吸入或与皮肤接触。将滤袋放入烘箱之前，要确保滤袋完全干燥，丙酮完全挥发。
- (b) 操作浓硫酸时要带橡胶手套和面罩。配制硫酸溶液时一定注意将硫酸倒入水中。如果酸接触到皮肤，请用大量水冲洗。

C.设备

- (a) 消化装置 — ANKOM A200i 纤维分析仪。
- (b) 滤袋— ANKOM F57 滤袋。如果样品非常细，可选用 F58 滤袋（见注 1）
- (c) 封口机
- (d) 干燥器
- (e) 分析天平-精确至 0.1mg
- (f) 电热干燥箱
- (g) 耐溶剂记号笔

D. 步骤

- (a) 用耐溶剂的记号笔给滤袋编号，称重(m 1)。
- (b) 直接准确称取 1.0 (± 0.1) g 制备好的样品 (m) 于滤袋中。样品需要粉碎过 1mm 筛。
- (c) 在距离滤袋上边缘大约 4mm 用封口机封口。然后将样品在滤袋中展平，均匀分布。
- (d) 至少取一个空白滤袋(C1)，同时做空白测定。
- (e) 脂肪含量高的样品需要脱脂。将装有样品的滤袋放入玻璃容器中，加丙酮使滤袋完全浸没，浸泡 10 min。倒掉溶剂，将滤袋放在网筛上凉干。
- (f) 一次最多可以在滤袋架上放 24 个滤袋。无论放置滤袋数量多少，9 层滤袋架上托盘要全部使用，每层放三个滤袋。层与层之间错开 120 度。然后将装有滤袋的支架放入纤维分析仪消煮器中，然后在顶部将金属压锤放上，以确保消煮过程中不浮起。
- (g) 当处理 24 个样品袋时，加入 1900-2000 mL 已配好室温酸溶液。如果处理样品少于 20 个滤袋，按照每个滤袋加 100 mL 酸溶液，但不能少于 1500 mL，确保滤袋托盘能完全浸没。

(h) 打开搅拌和加热开关，确保滤袋支架搅拌正常。盖上盖子并完全密封好。仪器将加热并维持溶液温度 100°C。设置处理时间 40 min，包括加热升温时间。

(i) 消煮结束，关上加热和搅拌开关，打开排液阀（开始要慢一点），在打开盖子之前一定将热的溶液排完。

***警示：消煮器中的溶液是有压力的。在打开盖子之前一定将废液阀打开以释放压力。**

(j) 溶液排完后，打开盖子，关闭排液阀，加 2000 mL (50~90°C) 蒸馏水，搅拌 5 min。盖上盖子并打开加热开关，或打开盖子并关闭加热开关。重复一次，共淋洗两次。

(k) 当处理 24 个样品袋时，加入 1900~2000 mL 室温碱溶液 (0.313 M 氢氧化钠溶液)。如果处理样品少于 20 个滤袋，按照每个滤袋加 100 mL 碱溶液，但不能少于 1500 mL。

(l) 打开搅拌和加热开关，确保滤袋支架搅拌正常。盖上盖子并完全密封好。仪器将加热并维持溶液温度 100°C。设置处理时间 40 min，包括加热升温时间。

(m) 消煮结束，关上加热和搅拌开关，打开排液阀（开始要慢一点），在打开盖子之前一定将热的溶液排完。

***警示：消煮器中的溶液是有压力的。在打开盖子之前一定将废液阀打开以释放压力。**

(n) 溶液排完后，打开盖子，关闭排液阀，加 2000 mL (50~90°C) 蒸馏水，搅拌 5 min。盖上盖子并打开加热开关，或打开盖子并关闭加热开关。重复一次，共淋洗两次。

(o) 将滤袋从滤袋支架上取下来，轻轻挤压去掉多余的水。然后将滤袋放入 250 mL 烧杯中，加丙酮至覆没滤袋，浸泡 3~5 min，然后取出并轻轻挤压去掉多余的丙酮。

(p) 在通风橱中展开滤袋，让其自然干燥。完全干燥后放入 102°C±2°C 烘箱烘干 4 小时。

***警告：在丙酮完全挥发掉之前不能把滤袋放入烘箱中。**

(q) 从烘箱中取出滤袋，直接放入干燥器中冷却至室温，然后称重 (m_2)。

(r) 将滤袋放入已经知道质量 (m_3) 的坩埚中在 600°C±15°C 条件下灰化 2 小时，干燥器中冷却，称取质量，计算灰分质量 (m_4)。

D. 计算

试样中粗纤维的质量分数按以下公式计算。

$$CF (\%) = [(m_2 - m_1 \times C_1) - (m_4 - m_3)] \times 100 / m$$

其中： m_1 为空袋质量，g； m_2 为提取烘干后滤袋+样品质量，g； m_3 为坩埚质量，g； m_4 为坩埚+灰分质量； C_1 为空白袋子校正系数(烘干后质量/原来质量)； m 为样品质量，g。

E. 注解

有些粉碎非常细的样品需要用 F58 滤袋替代 F57 滤袋，以避免样品流失。

应用滤袋技术测定中性洗涤纤维（NDF）的方法 ANKOM A200i 型半自动纤维分析仪

A. 试剂

(a) 称取 30.0g 十二烷基硫酸钠 (USP) ; 18.61g 乙二胺四乙酸二钠 (Na₂EDTA) ; 6.81g 四硼酸钠 (Na₂B₄O₇) 十水; 4.56g 磷酸氢二钠 (Na₂HPO₄) -无水; 10.0 ml 三甘醇 (C₆H₁₄O₄); 全部溶解在 1L 水中, 适当的搅拌和加热有助于溶解。检查适当的 pH 在 6.9—7.1。

(b) α-淀粉酶(Alpha-amylase) –热稳定细菌 α-淀粉酶: 活性为 17,400 单位/ mL。1 个活性单位表示能将 1 mg 可溶性淀粉用 30 min 水解。

(c) 无水亚硫酸钠 (Na₂SO₃) 。

(d) 丙酮: 无色, 并且蒸发后无残渣。

B. 安全注意

(a) 丙酮易燃, 操作时应在通风橱中进行, 避免吸入或与皮肤接触。将滤袋放入烘箱之前, 要确保滤袋完全干燥, 丙酮完全挥发。

(b) 十二烷基硫酸钠对黏膜有刺激, 因此操作时要带防尘口罩和手套。

C. 设备

(a) 消化装置- ANKOM A200i 纤维分析仪。

(b) 滤袋- ANKOM F57 滤袋。

(c) 封口机

(d) 干燥器

(e) 分析天平-精确至 0.1mg

(f) 电热干燥箱

(g) 耐溶剂记号笔

D. 步骤

(a) 滤袋和样品的准备

1) 用耐溶剂的记号笔给滤袋编号, 称重(m_1)。

2) 直接准确称取 0.5g (± 0.05 g) 制备好的样品 (m) 于滤袋中。样品需要粉碎过 1mm 筛。

3) 在距离滤袋上边缘大约 5 mm 用封口机封口。然后将样品在滤袋中展平, 均匀分布。

4) 至少取一个空白滤袋(C_1), 同时做空白测定。

5) 一次最多可以在滤袋架上放 24 个滤袋。无论放置滤袋数量多少, 9 层滤袋架上托盘要全部使用, 每层放三个滤袋。层与层之间错开 120 度。然后将装有滤袋的支架放入纤维分析仪消煮器中, 然后在顶部将金属压锤放上, 以确保消煮过程中不浮起。

6) 样品含有大豆产品或脂肪超过 5% ，将装有样品的滤袋放入带盖玻璃容器中，加丙酮使滤袋完全浸没，盖好盖子。摇动容器 10 次，浸泡 10 min。然后更换新的丙酮，重复上述操作一次。最后将滤袋取出，放在网筛上凉干。

例外：烘烤大豆，由于烘烤大豆的特殊性，需要采用改进后的下面脱脂方法。将装有样品的滤袋放入带盖玻璃容器中，加丙酮使滤袋完全浸没，盖好盖子。摇动容器 10 次，然后更换新的丙酮，浸泡 12h。取出滤袋，放在网筛上凉干。

(b) 当处理 24 个滤袋时，向 2000 mL 中性洗涤剂溶液中加入无水亚硫酸钠 20 g (0.5 g/50 mL ND 溶液) 和 4.0 mL 热稳定 α -amylase。让无水亚硫酸钠在溶液中充分溶解。向容器中加入该溶液。如果处理样品少于 20 个滤袋，按照每个滤袋加 100 mL 酸溶液，但不能少于 1500 mL，确保滤袋托盘完全浸没。

(c) 打开搅拌和加热开关，确保滤袋支架搅拌正常。盖上盖子并完全密封好。仪器将加热并维持溶液温度 100°C。设置处理时间 75 min，包括加热升温时间。

(d) 消煮结束，关上加热和搅拌开关，打开排液阀（开始要慢一点），在打开盖子之前确保废液排放管与废液容器安全连接，一定将热的溶液排完。

***警示：消煮器中的溶液是有压力的。在打开盖子之前一定将废液阀打开以释放压力。**

(e) 溶液排完后，打开盖子，关闭排液阀，加 2000 mL (70°C~90°C) 蒸馏水，并且第 1 和第 2 次淋洗时同时加 4.0 mL α -淀粉酶，放下盖子，但不旋紧。打开搅拌开关（不打开加热开关）搅拌 3~5 min。排掉废液，重复 2 次，共淋洗 3 次。

(f) 最后一次淋洗后，加冷的自来水以操作和使冷却容器，为下轮测定做好准备。排干水，从容器中取出带滤袋的支架。将滤袋从滤袋支架上取下来，轻轻挤压去掉多余的水。然后将滤袋放入 250 mL 烧杯中，加丙酮至覆没滤袋，浸泡 3~5 min，然后取出并轻轻挤压去掉多余的丙酮。

(g) 在通风橱中展开滤袋，让其自然干燥。完全干燥后放入 102°C \pm 2°C 烘箱烘干 4 小时。

***警告：在丙酮完全挥发掉之前不能把滤袋放入烘箱中。**

(q) 从烘箱中取出滤袋，直接放入干燥器中冷却至室温，然后称重 (m_2)。

E. 计算

试样中中性洗涤纤维质量分数按以下公式计算。

$$\text{NDF (\%)} = (m_2 - (m_1 \times C_1)) \times 100 / m$$

其中： m_1 为空袋质量，g； m 为样品质量，g； m_2 为提取处理后样品残渣+滤袋质量，g； C_1 为空白袋子校正系数(烘干后质量/原来质量)。

应用滤袋技术测定酸性洗涤纤维（ADF）的方法

ANKOM A200i 型半自动纤维分析仪

A. 试剂

- (a) 酸性洗涤剂溶液：称取 20 g 十六烷三甲基溴化胺（CTAB），溶于 1000 mL 已标定过的 1.00N 硫酸溶液中，加热搅拌使其溶解。
- (b) 丙酮：无色，并且蒸发后无残渣。

B. 安全注意

- (a) 丙酮易燃，操作时应在通风橱中进行，避免吸入或与皮肤接触。将滤袋放入烘箱之前，要确保滤袋完全干燥，丙酮完全挥发。
- (b) CTAB 对黏膜有刺激，因此操作时要带防尘口罩和手套。

C. 设备

- (a) 消化装置- ANKOM A200i 纤维分析仪。
- (b) 滤袋- ANKOM F57 滤袋。
- (c) 封口机
- (d) 干燥器
- (e) 分析天平-精确至 0.1mg
- (f) 电热干燥箱
- (g) 耐溶剂记号笔

D. 步骤

(a) 滤袋和样品的准备

- 1) 用耐溶剂的记号笔给滤袋编号，称重(m_1)。
- 2) 直接准确称取 0.5g (± 0.05 g) 制备好的样品 (m) 于滤袋中。样品需要粉碎过 1mm 筛。
- 3) 在距离滤袋上边缘大约 4 mm 用封口机封口。然后将样品在滤袋中展平，均匀分布。
- 4) 至少取一个空白滤袋(C_1)，同时做空白测定。
- 5) 一次最多可以在滤袋架上放 24 个滤袋，每层放三个滤袋。层与层之间错开 120 度。然后将装有滤袋的支架放入纤维分析仪消煮器中，然后在顶部将金属压锤放上，以确保消煮过程中不浮起。
- 6) 样品含有大豆产品或脂肪超过 5% - 将装有样品的滤袋放入带盖玻璃容器中，加丙酮使滤袋完全浸没，盖好盖子。摇动容器 10 次，浸泡 10 min。然后更换新的丙酮，重复上述操作一次。最后将滤袋取出，放在网筛上凉干。

例外：烘烤大豆 –由于烘烤大豆的特殊性，需要采用改进后的下面脱脂方法。将装有样品的滤袋放入带盖玻璃容器中，加丙酮使滤袋完全浸没，盖好盖子。摇动容器 10 次，然后更换新的丙酮，浸泡 12 h。取出滤袋，放在网筛上凉干。

(b) 当处理 24 个滤袋时，向容器中加入 2000 mL 酸性洗涤剂溶液。如果处理样品少于 20 个滤袋，按照每个滤袋加 100 mL 酸溶液，但不能少于 1500 mL，确保滤袋托盘能完全浸没。

(c) 打开搅拌和加热开关，确保滤袋支架搅拌正常。盖上盖子并完全密封好。仪器将加热并维持溶液温度 100°C。设定处理时间 60 min，包括加热升温时间。

(d) 消煮结束，关上加热和搅拌开关，打开排液阀（开始要慢一点），在打开盖子之前确保废液排放管与废液容器安全连接，一定将热的溶液排完。

***警示：消煮器中的溶液是有压力的。在打开盖子之前一定将废液阀打开以释放压力。**

(e) 溶液排完后，打开盖子，关闭排液阀，加 2000 mL(70°C~90°C) 蒸馏水，关闭盖子并打开加热开关，或打开盖子并关闭加热开关。搅拌 5 min。排掉废液，重复 2 次，共淋洗 3 次或洗涤至中性。

(f) 将滤袋从滤袋支架上取下来，轻轻挤压去掉多余的水。然后将滤袋放入 250 mL 烧杯中，加丙酮至覆没滤袋，浸泡 3~5 min，然后取出并轻轻挤压去掉多余的丙酮。

(g) 在通风橱中展开滤袋，让其自然干燥。完全干燥后放入 102°C±2°C 烘箱烘干 4 小时。

***警告：在丙酮完全挥发掉之前不能把滤袋放入烘箱中。**

(q) 从烘箱中取出滤袋，直接放入干燥器中冷却至室温，然后称重 (m_2)。

E. 计算

试样中酸性洗涤纤维质量分数按以下公式计算。

$$ADF (\%) = (m_2 - (m_1 \times C_1)) \times 100 / m$$

其中： m_1 为空袋质量，g； m 为样品质量，g； m_2 为提取处理后样品残渣+滤袋质量，g； C_1 为空白袋子校正系数(烘干后质量/原来质量)。

F. 几点说明

如果样品同时测定 NDF 和 ADF，可以先测定 NDF，然后将测定完装有残渣的滤袋放在样品架子上，直接加酸性洗涤溶液，然后按照 ADF 测定程序测定。

滤袋技术测定酸性洗涤木质素（ADL）的方法

ANKOM A200i 型半自动纤维分析仪

A. 试剂

(a) 72%硫酸溶液：取 734.69 mL 浓硫酸，倒入 200 mL 水中，冷却后稀释 1000 mL。

B. 安全注意

(a) 丙酮易燃，操作时应在通风橱中进行，避免吸入或与皮肤接触。将滤袋放入烘箱之前，要确保滤袋完全干燥，丙酮完全挥发。

(b) 操作浓硫酸时要带橡胶手套和面罩。配制硫酸溶液时一定要注意将硫酸倒入水中。如果酸接触到皮肤，请用大量水冲洗。

C. 设备

(a) 滤袋- ANKOM F57 滤袋。

(b) 封口机

(c) 干燥器

d) 2 L 或 3 L 烧杯

D. 步骤

(a) 滤袋和样品的准备

1) 用耐溶剂的记号笔给滤袋编号，称重(m_1)。

2) 直接准确称取 0.5g (± 0.05 g) 准备好的样品 (m) 于滤袋中。样品需要粉碎过 1 mm 筛。

3) 在距离滤袋上边缘大约 5 mm 用封口机封口。然后将样品在滤袋中展平，均匀分布。

4) 至少取一个空白滤袋(C_1)，同时做空白测定。

5) 先按照 ADF 测定方法进行处理。

(b) ADF 测定之后，将干燥后的滤袋/样品放入 3 L 烧杯中，加足量 72%硫酸将滤袋浸没（大约 250 mL）。

重要：滤袋必须完全干燥，并冷却至室温后加入浓酸。如果滤袋有水分存在，加硫酸后产生热，容易使袋子中样品烧焦，影响测定结果。

(c) 将 2 L 烧杯放到 3 L beaker 中使滤袋浸没。开始时搅拌滤袋，并在 30 分钟内将 2 L 烧杯上、下提起大约 30 次。

(d) 3 小时后将硫酸倒掉，然后用水淋洗除掉酸。重复淋洗至 pH 为中性。然后用 250 mL 丙酮淋洗 3 min 除掉水。

(e) 在 102°C 烘箱中干燥 4 h，然后放入干燥器中冷却至室温，称重 (m_2)。

***警告：**在丙酮完全挥发掉之前不能把滤袋放入烘箱中。

(f) 将滤袋放入已知重量 (m_3) 30 或 50 mL 坩埚中, 在 $600^{\circ}\text{C}\pm 15^{\circ}\text{C}$ 条件下灰化 2 小时, 冷却, 称重 (m_4)

E. 计算

试样中酸性洗涤纤维质量分数按以下公式计算。

$$\text{ADL (\%)} = [(m_2 - m_1 \times C_1) - (m_4 - m_3)] \times 100 / m$$

其中: m_1 为空袋质量, g; m_2 为提取烘干后滤袋+样品质量, g; m_3 为坩埚质量, g; m_4 为坩埚+灰分质量; C_1 为空白袋子校正系数(烘干后质量/原来质量); m 为样品质量, g



ANKOM A200i 纤维分析仪使用注意事项

为确保仪器正常运转, 延长使用寿命, 操作人员在使用前务必要认真阅读 ANKOM 仪器操作手册, 并严格按照操作规程进行操作, 避免误操作。此外, 在使用过程中要定期对仪器进行维护。以下为 ANKOM A200i 纤维仪使用过程中必须注意的事项。

- 1、先排液, 后开盖。
- 2、排液之前, 停止加热。
- 3、实验前检查仪器加热搅拌功能是否正常, 盖子是否密封, 有无松动。
- 4、实验过程中, 加热前要确认缸体内有溶液。避免干烧, 以免损坏托架。
- 5、每次消煮结束, 要先排废液, 待废液排尽后再打开盖子, 防止烫伤。
- 6、定期检查盖子密封“O”圈, 如失去密封效果请及时更换。
- 7、定期检查托架底端椎体, 如磨损 1/2 请及时更换。

- 8、定期检查缸体，观察是否有液体渗出。如果有液体渗出，应先切断电源，然后打开仪器后盖，进行排查。重点检查搅拌器，特别是废液收集器和紧固螺钉，如果漏液明显，清洁干净，紧固螺钉 $1/8$ 或 $1/4$ 圈。如果螺钉太紧，马达将不运转，适当调松螺母直至马达运转。
- 9、定期检查搅拌器是紧密的。如果有泄漏重复上一个保养方法。操作 20 个小时后再次检查是否漏液。
- 10、当仪器将长时间不使用，加水搅拌运行 10 分钟，用水彻底清洗干净，防止酸腐蚀仪器。
- 11、经常擦拭清洁仪器表面，保持仪器内外的清洁。

2010.11