

团体标准

T/NAIA 2024-××××

青贮玉米中酸性洗涤纤维的测定

Determination of acid detergent fiber in Silage corn

2024-××-××发布

2024-××-××实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出、归口并实施。

本文件起草单位：宁夏农产品质量标准与检测技术研究所、宁夏农林科学院农作物研究所。

本文件主要起草人：李彩虹、张维军、葛谦、牛艳、王彩艳、张静、张文杰、赵如浪、王芳、王晓菁。

青贮玉米中酸性洗涤纤维的测定

1 范围

本文件规定了测定青贮玉米中酸性洗涤纤维（ADF）的样品制备、检测方法（重量法）和技术要点。

本文件适用于青贮玉米中酸性洗涤纤维（ADF）的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

NY/T 1459 饲料中酸性洗涤纤维的测定

3 术语和定义

3.1

青贮玉米 Silage corn

在玉米乳熟后期至腊熟期间，收获包括果穗在内的地上部整个植株，作为青贮饲料原料的玉米。

3.2

酸性洗涤纤维（ADF）acid detergent fiber

用酸性洗涤剂处理试样后残留的不溶解物质的总称，主要是纤维素和木质素或不溶性蛋白复合物。

4 原理

试样用酸性洗涤剂浸煮，再用水除掉不耐酸的碳水化合物、没有发生梅拉德（Maillard）反应（热损伤）的蛋白质和脂肪后剩余的残留物即是酸性洗涤纤维（ADF）。

5 取样及试样制备

5.1 取样

按照 GB/T 14699.1 抽取具有代表性的样品，在运输和贮存过程中避免发生损坏和变质。取田间生长青贮玉米，留茬高度 5 cm~10 cm，包括果穗、叶片、茎秆等地面上完整植株。

5.2 样品制备

将整株青贮玉米干燥(水分小于 15%)后粉碎成粉末,四分法缩减样品,按照 GB/T 20195 制备样品,粉碎至全部通过 1 mm 孔筛(GB/T 6003.1),混匀装于密封容器,备用。

6 试剂或材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

6.1 硫酸(H_2SO_4)。

6.2 硫酸溶液($0.50\text{ mol/L} \pm 0.025\text{ mol/L H}_2\text{SO}_4$): 按照 GB/T 601 的规定配制和标定。

6.3 酸性洗涤剂: 称取 20 g 十六烷基三甲基溴化铵($\text{C}_{19}\text{H}_{12}\text{NBr}$, CTAB), 加入 1000 mL 0.5mol/L 硫酸溶液(6.2), 搅拌溶解, 混匀。

7 仪器与设备

7.1 分析天平: 感量 0.0001g。

7.2 纤维测定仪。

7.3 砂芯坩埚: 与纤维测定仪配套的砂芯坩埚, 26mL~28mL, 孔径 $40\mu\text{m}$ ~ $100\mu\text{m}$ 。

8 试验步骤

8.1 砂芯坩埚的准备

将洁净的砂芯坩埚(7.3)置于电热干燥箱(7.4)内, $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥 4 h, 取出, 置于干燥器中冷却 30 min, 称量(精确至 0.0001 g), 直至恒重(2 次称量结果之差不超过 0.002 g)。

8.2 消煮、洗涤

称取试样 0.5 g~0.8 g(精确至 0.0001g)于砂芯坩埚(7.3)中, 将坩埚置于纤维测定仪(7.2)中消煮, 同时做空白试验。加入 100 mL 酸性洗涤剂(6.3), 加热至沸腾, 持续消煮(60 ± 1) min。如果试样沾到消煮容器壁上, 用不多于 5mL 的酸性洗涤剂(6.3)冲洗, 排干坩埚内的洗涤液, 用水清洗直至无泡沫为止。

8.3 干燥

将砂芯坩埚置于干燥箱中, $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥 4h, 取出, 放入干燥器中冷却 30 min, 称重, 精确至 0.0001 g, 直至恒重(2 次称量结果之差不超过 0.002 g)。

9 结果与表达

试样中酸性洗涤纤维（ADF）的含量 X 以质量分数计，数值以质量分数（%）表示，按式（1）计算。

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

式中：

m_1 ——试样测定用砂芯坩埚质量，单位为克（g）；

m_2 ——试样和砂芯坩埚经消煮干燥后的总质量，单位为克（g）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，结果保留至小数点后 1 位。

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 6%。

11 技术要点

11.1 十六烷基三甲基溴化铵对粘膜有刺激，操作时需戴防护口罩。

11.2 应校准加热单元性能，纤维测定仪可在 10 min 内煮沸 50 mL 冷水。

11.3 砂芯坩埚初次使用前，要逐步加温，温度不超过 540℃，并在（520±20）℃下灼烧 1 h。每次使用后可在（520±20）℃灰化 3 h，用酸性洗涤剂（6.3）浸泡，超声 10 min，除去灰分，用热水冲洗坩埚，再用冷水浸泡至少 30 min。

11.4 砂芯坩埚过滤速率测试：纤维测定仪坩埚每个装满 25 mL 水，在不抽真空的条件下，排干时间为（75±30）s。如果排干时间小于 30 s，应舍弃不用；如果排干时间小于 45 s，应检查坩埚是否有裂纹；如果排干时间大于 105 s，应采用酸性或者碱性清洁剂清洗砂芯坩埚，如清洗后仍不能提高过滤速率，应舍弃。