



全自动纤维分析仪测定饲料粗纤维实验设计

袁 朋, 张连芝, 杨萍萍

(山东农业大学 动物科技学院, 泰安 271000)

摘要: 饲料中粗纤维(CF)的含量是评定饲料营养价值的一项重要指标, 传统的方法测量 CF 的操作步骤繁琐, 测定结果准确度较低, 不适合批量样品的分析。该文以粗纤维的测量为例阐述了全自动纤维分析仪使用操作流程以及仪器日常维护的技巧, 并对实验开展的效果进行了探讨。结果表明, 全自动纤维分析仪利用滤袋技术测量 CF 的含量是一种国际上公认的测量方法, 具有自动化程度高、测量精度高等优点。

关键词: 粗纤维; 滤袋技术; 全自动纤维分析仪; 实验设计

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

DOI: 10.12179/1672-4550.20230131

Design of Determination of Feed Crude Fiber by the Automatic Fiber Analyzer

YUAN Peng, ZHANG Lianzhi, YANG Pingping

(College of Animal Science and Veterinary Medicine, Shandong Agricultural University, Tai'an 271000, China)

Abstract: The content of crude fiber (CF) in feed is an important index to evaluate the nutritional value of feed. The traditional method of measuring CF is cumbersome, the accuracy of the measurement results is low, and it is not suitable for the analysis of batch samples. This article takes the measurement of crude fiber as an example to illustrate the operation process of the automatic fiber analyzer, summarizes the details that need to be paid attention to during the experiment and the skills of daily maintenance of the instrument, discusses and the effect of the experiment. The result shows that the automatic fiber analyzer using the filter bag technology to measure CF content is an internationally recognized measurement method, which has the advantages of high automation and high measurement accuracy.

Key words: crude fiber; filter bag technology; automatic fiber analyzer; experimental design

饲料中粗纤维(CF)的含量是评定饲料营养价值的一项重要指标, 饲料经过稀酸或者稀碱煮沸处理之后, 一些不溶于酸碱的剩余有机物残渣即为纤维素, 其中还含有少量的半纤维素和木质素, CF 在饲料中的含量对于饲料的动物机体利用率有着深刻的影响^[1-3]。良好的饲料原料都具有较固定的 CF 含量, 在实际生产中一些饲料原料, 如麸皮、米糠等经常出现掺杂稻壳粉与花生壳粉的问题, 如何来鉴别这些原料中掺假并评价饲料原料及产品质量的优劣, 这就需要进行 CF 含量的测定^[4]。CF 的含量在我国强制标准中有明确规定,

在《饲料原料目录》中也有强制性指标要求^[5]。目前, CF 测定方法主要有两种: 第一种是传统法(GB/T 6434—2006)^[6], 这种方法存在测定时间长、测样效率低、操作步骤繁琐, 需要进行过滤、抽滤等情况, 容易堵塞过滤器, 测定结果准确度较低, 不适合批量样品的分析; 第二种方法使用全自动纤维分析仪测定, 主要用于饲料和食品 CF、中性洗涤纤维、酸性洗涤纤维等含量的测定, 具有自动化程度高、操作简单等优点, 一次实验可以消煮 24 个样品, 适合批量样品的测量^[7-9]。

收稿日期: 2023-03-15; 修回日期: 2024-06-18

基金项目: 山东农业大学 2024 年实验教学和教学实验室建设研究项目(2024syjx20); 2019 年度山东农业大学“十三五”教改项目(X2019033)。

作者简介: 袁朋(1985-), 男, 硕士, 实验师, 主要从事大型精密仪器室使用管理方面的研究。E-mail: yp8511@163.com

在本科实验教学中, 饲料中 CF 含量的测定是动物科学专业饲料分析及饲料质量检测必修课中一项重要的实验项目^[10]。以往利用传统法开展实验教学, 由于操作繁琐, 实验过程中学生手忙脚乱, 完成实验的成功率低, 实验结果的准确性、重现性不高。本文通过使用全自动纤维分析仪测定饲料 CF 含量的实验设计, 实现了实验过程由繁至简, 实验结果准确性、重现性高。同时在本科实验项目中引入大型精密仪器, 有效地提高了仪器的使用率, 符合新时代新农科人才培养的要求。

1 实验目的

- 1) 掌握全自动纤维分析仪的基本原理。
- 2) 掌握测定样品的制备、测定方法。
- 3) 掌握 CF 测定结果的计算与分析。
- 4) 掌握纤维分析仪的使用与维护。

2 实验原理

粗纤维是植物细胞壁中的主要成分, 是一种不溶于水和有机溶剂的高分子化合物, 在浓度较低的稀酸和稀碱中可以稳定存在; 但在与稀酸和稀碱共热的情况下可以被水解为 α -葡萄糖。纤维分析仪通过自动化控制在反应缸内注入硫酸、氢氧化钠进行消煮, 然后通过乙醚、丙酮去除消化残留物中的醚溶物, 在经过烘箱干燥, 剩余残留物即为粗纤维。

3 实验材料

原料: 麸皮等。

仪器: A2000i 纤维分析仪、仪器配置 F57 滤袋、分析天平、烘箱、封口机、海尔小型热水器。

化学药品: 浓硫酸、氢氧化钠、乙醚、丙酮。

4 实验方法

4.1 样品的前期准备

用耐有机溶剂的标记笔给滤袋进行编号, 称量滤袋, 重量标注为 W_1 , 要避免预先干燥滤袋而影响测量结果, 空白滤袋包含空气湿度因素; 称取 1.00 g 的样品 W_2 放入滤袋中, 放入时避免粘在袋口位置, 以免影响封口; 用封口机在袋口位置进行封口, 封口机要进行预热, 并充分加热滤袋

进行封口, 保持足够的加热时间(大约 2 s); 另外称量一个空白滤袋, 并准确记录重量, 作为空白平行进行实验。如果测量脂肪含量大于 5% 的样品, 要先进行脱脂, 将装有样品的滤袋放入 25 mL 的烧杯中, 加入丙酮确保全部覆盖滤袋, 浸泡 10 min 后把丙酮倒出, 然后把滤袋放在空气中进行风干。

4.2 纤维分析仪的使用

将滤袋放置在纤维分析仪的滤袋架上, 滤袋架有 9 个托盘, 在每个托盘上放置 3 个滤袋, 最多可以放置 8 层共 24 个滤袋。每 3 个滤袋放置在 1 个托盘成 120° 夹角, 再把滤袋架放进纤维分析仪的反应缸中, 放置配重锤, 确保空置的第 9 层托盘可以浸在液面以下, 如图 1 所示。



图 1 反应缸

如果放入滤袋架之前刚刚完成一次实验, 反应缸内温度较高, 需要加入凉水降温并排放, 以免影响测量结果。通过操作仪器控制面板, 如图 2 所示, 按照以下顺序进行仪器操作: 选择 CF 测量模式; 盖上容器盖子; 确定热水器开启(水温大于 50 °C); 按 start 键开始工作。仪器参数设置如表 1 所示。



图 2 控制面板

表 1 仪器参数设定

步骤	时间/min	消煮温度/℃	水洗频次/min	单次水洗时间/min	水洗温度/℃
酸消煮	30	100	3	5	70
碱消煮	30	100	3	5	70

4.3 样品的后期处理

粗纤维消化及洗涤结束后, 打开反应缸盖子取出测量样品, 轻轻按压滤袋挤出水分, 然后将滤袋放入烧杯中, 用丙酮浸泡滤袋大约 3~5 min; 取出浸泡在丙酮中的滤袋在空气中风干, 然后放在 102 ℃ 烘箱中完全干燥(大约需要 2~4 h)。需要注意丙酮易燃易爆, 一定要充分挥发完全之后放进烘箱干燥。滤袋干燥完成之后取出平铺在干燥袋中以隔绝空气, 充分冷却后进行称重。将干燥后滤袋放置在已经预先称重的坩埚中, 600 ℃ 进行灰化 2 h, 然后放置在干燥器中冷却称重, 计算洗过后样品烘干重, 然后减掉灰化后残渣重, 得出损失有机物质量(W_3)。

4.4 粗纤维含量的计算方法

饲料中 CF 的含量可通过表达式计算得:

$$CF = 100 \times \frac{W_3 - W_1 \times C_1}{W_2}$$

式中: CF 为粗纤维含量, 单位 %; W_1 为滤袋质量, 单位 g; W_2 为样品质量, 单位 g; W_3 为有机物质量, 单位 g; C_1 为空白滤袋因素, 其值等于点燃滤袋的失重/原滤袋重量。

5 实验注意事项

5.1 安全防护工作

硫酸与氢氧化钠腐蚀性很强, 学生在操作时需穿防护服, 按照硫酸倒入水中的顺序配置酸溶液; 乙醚和丙酮都是易燃易爆的液体, 操作时注意避免产生静电, 带好防护眼罩。

5.2 样品的制备

样品的粉碎要均匀, 一般控制在 10~20 目之间; 称量室要保持干燥, 室内的相对湿度要尽量低, 50% 以下为宜。不同的饲料样品制备的方法有所不同, 如高油脂的饲料样品需要至少提前用丙酮浸泡 20 min, 其他饲料样品浸泡 3~5 min 即可。

5.3 设备运行前

确认仪器通电, 打开热水器连接的自来水开关; 仪器自带 20 L 白色的溶液储液桶, 剩余溶液达到 3 L 以上; 在仪器左右两侧悬挂装有实验相

匹配的溶剂储液桶, 如图 3 所示, 注意不要放反位置。

滤袋按规律水平摆放在纤维仪托盘上, 每层摆放 3 个, 最多可以摆放 8 层。两层托盘之间的凹凸点完全咬合, 如图 4 所示, 使液体充分与滤袋接触。滤袋放入仪器缸体中, 需要用金属重物进行压制, 防止滤袋漂浮。



图 3 纤维分析仪正面



图 4 纤维仪托盘

5.4 设备运行中

确认仪器反应缸的仓盖完全关闭, 确保在仪器运行中反应罐无漏气现象; 仪器后面是用透明有机玻璃设计的隔板, 如图 5 所示, 可以随时查看仪器内部的硅胶管路和联动轴等部件是否有渗漏等异常情况。

5.5 设备运行结束

每次实验结束, 及时运行仪器清洗(flush)程

序。具体方法为, 选择“flush”, 按“enter”键。程序运行时分别在左右的 A、B 阀门处放好加液杯, 在加液杯中注入 200 mL 蒸馏水(冬天加入 35 ℃ 热水), 观察黑色废液排出管道流出的液体不再有泡沫即表明管路已经清洗完成。反应缸中液体确保排干净。仪器左侧热水入水口处的黄铜水滤芯是一个容易被堵的部件(碳酸化合物结晶堵塞滤芯), 如图 6 所示。可根据实验用水的水质及使用频率等情况定期清理, 防止水流不畅, 影响淋洗的效果。可以用 30% 醋酸浸泡后再超声清洗 10 min 即可。



图 5 纤维分析仪背面



图 6 纤维分析仪注水口

6 实验开展效果

在本科实验教学中通过引入全自动纤维分析仪进行饲料中 CF 的检测, 给该实验项目带来以下 4 个方面的改变。

6.1 实验项目的实施

实验项目以小组的方式进行, 首先通过授课老师的讲解, 使学生掌握实验目的、原理, 在样品准备阶段每位学生均需准备自己的试样, 经过前期处理后, 整个班级的样品集中放入纤维分析

仪中进行检测。实验老师通过对仪器的使用原理、使用方法、维护技巧的介绍, 使学生掌握纤维素分析仪的使用。在仪器的运行过程中, 由于仪器自动进行酸碱试剂的消化程序, 该程序需要 2 h 左右的时间, 在此期间学生可以自由活动, 待到消煮结束后由学生将样品放入烘箱进行 2~4 h 的烘干, 最后返回实验室进行结果的称量、计算。因此, 实验秩序从之前手忙脚乱变得有条不紊。

6.2 实验效果的改进

用传统的国标法(GB/T 6434—2006)进行实验的过程中, 基本原理与纤维素分析仪相同, 先后通过酸处理、碱处理、抽滤、烘干、灰化的过程, 最后测得 CF 的含量。但是传统法测定时间长、操作繁琐, 在样品抽滤过程中容易堵塞, 操作不熟练的学生很难独立完成实验项目; 即使能够完成实验, 在实验过程中往往会因为不注意实验细节, 造成实验结果的准确性不够高。通过使用全自动纤维分析仪可以大大降低由于操作不当造成的误差, 结果重现性高。单次试验可放置多达 24 个样品, 在小班制教学时可以让每位学生都有操作实验的机会。此外, 全自动纤维分析仪具有自动化程度高的特点, 可以节约学生的时间, 不用全程看守, 同时交叉进行其他的实验项目。

6.3 实验项目的考核

实验项目的考核包括实验过程和实验结果的考核。实验过程的考核要点包含试样准备阶段的操作、仪器的使用及维护。不同的试验样品其 CF 含量也不同, 而良好的饲料原料都具有较固定的 CF 含量, 如表 2 所示^[7]。通过准备不同的样品分配给不同的学生检测, 实验结果与标准结果对照, 可以更好地检验学生的实验操作准确程度以及实验结果的计算能力。

表 2 常见饲料原料 CF 含量

原料	CF含量/%	原料	CF含量/%
玉米	1.6	葵籽粕	11.0~19.8
棉籽粕	10.2~18.0	小麦秸	36.0~40.0
细麸皮	7.0~11.0	花生壳	60.0
粗麸皮	11.0~12.0	稻壳	49.0
棉籽粕	10.2~18.0	花生秧	24.2~37.0
菜籽粕	12.0~18.5	大豆秸	36.4~50.0
甜菜粕	18.4	豆粕	5.0
苜蓿	20.0~22.0	次粉	1.5~3.0
小麦	1.9	玉米胚芽粕	10.8

6.4 仪器的使用效率

通过在本科教学中使用全自动纤维分析仪,使学生了解仪器带来的 CF 检测便利,在开展大学生创新创业项目中,积极使用全自动纤维分析仪进行实验项目,仪器使用率从开展该实验项目之前的 200 机时/学年提高到 500 机时/学年。仪器使用率的提高可以及时发现仪器使用过程中的故障并排除,延长仪器的使用寿命,避免仪器的长期闲置造成资源的浪费。

7 结束语

在新农科的时代背景下,利用先进的精密仪器对传统的实验方法进行改革,既可以使学生掌握仪器的使用方法,又可以达到事半功倍的实验效果。利用全自动纤维分析仪制定好的程序可以实现自动化进入酸碱消化液体,完成 CF、中性洗涤纤维、酸性洗涤纤维等含量的测定,是目前国际公认的一种测量方法^[4]。仪器配备的滤袋是利用合成纤维制成的具有一定孔隙的三维结构袋,能较好地解决样品粉碎过细的问题^[11]。但是滤袋的测量成本偏高,因此国内一些学者用聚酯网袋来替代,也取得较好的测量结果^[12]。全自动纤维分析仪操作简单,使用方便,但是需要做好前期样品的处理和后期仪器的清洗和保养工作;在使用过程中虽然设备会自动进行进液、排废、消解、淋洗等步骤,但是要能及时观察仪器是否有漏气和漏液等情况;实验过程中使用的化学试剂具有易燃易爆、腐蚀性强等特点,学生需要做好防护工作。

参考文献

- [1] 金灵,李昂,林占熿,等. 饲料粗纤维水平和砂砾对四川白鹅血清脂肪代谢指标、屠宰性能及肉品质的影响[J]. 动物营养学报, 2019, 31(9): 4052-4060.
- [2] 张江,顾欣,唐赛涌,等. 饲料粗纤维水平对杜梅商品猪生长性能的影响研究[J]. 养猪, 2022(185): 41-44.
- [3] 唐赛涌,王勃,卫金良,等. 日粮粗纤维水平对杜梅肉猪日增重和背膘厚度的影响[J]. 上海畜牧兽医通讯, 2021(1): 24-26.
- [4] 张云龙,杨泉,刘恒,等. 饲料中粗纤维和酸性洗涤纤维含量关系的研究[J]. 山东畜牧兽医, 2023, 44(2): 18-20.
- [5] 李泽民,张晨,张桂国,等. 应用聚酯网袋测定饲料中中性洗涤纤维和酸性洗涤纤维含量的可行性研究[J]. 动物营养学报, 2020, 32(12): 5967-5975.
- [6] 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. 饲料中粗纤维的含量测定过滤法: GB/T 6434—2006[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
- [7] 张晨,李泽民,张洁,等. 聚酯网袋法测定饲料中粗纤维含量的研究[J]. 动物营养学报, 2019, 31(6): 2875-2881.
- [8] 陈建勇,黄丽俊,金晓威,等. 滤袋式纤维分析仪检测饲料中粗纤维[J]. 中国饲料, 2023(5): 87-91.
- [9] 徐欣然,王明,刘莉,等. 燕麦秸秆纤维素测定方法比较及响应面优化分析[J]. 饲料研究, 2020, 43(3): 68-73.
- [10] 张崇玉,巩立书,张明凤,等. 饲料粗纤维快速测定方法在生产中的应用[J]. 山东畜牧兽医, 2020, 41(12): 16-17.
- [11] 刘英,周娟,陈冬梅,等. 饲料中粗纤维定量测定能力验证结果与分析[J]. 饲料博览, 2020(4): 42-45.
- [12] 张崇玉,张桂国,杨泉,等. 饲料中性洗涤纤维(NDF)和酸性洗涤纤维(ADF)快速测定方法在生产中的应用[J]. 山东畜牧兽医, 2021, 42(7): 20-24.

编辑 钟晓