

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2337—2013

---

## 熟黄(红)麻木质素测定 硫酸法

Testing retted jute/retted kenaf fibre lignin with sulfuric acid method

2013-05-20 发布

2013-08-01 实施

---

中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业部种植业管理司提出并归口。

本标准主要起草单位：中国农业科学院麻类研究所（农业部麻类产品质量监督检验测试中心）。

本标准主要起草人：肖爱平、冷鹃、杨喜爱、程毅、廖丽萍、王朝云、田小兰、聂晴岚。

## 熟黄(红)麻木质素测定 硫酸法

### 1 范围

本标准规定了熟黄(红)麻木质素含量的硫酸测定方法。

本标准适用于熟黄(红)麻木质素含量测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 5889 苧麻化学成分定量分析方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**熟黄(红)麻 retted Jute/retted kenaf fiber**

黄(红)麻韧皮经沤制处理后所得的纤维集合体。

#### 3.2

**木质素 lignin**

沉积于植物细胞壁及纤维间的一类芳香族高分子聚合物。

### 4 原理

试样用有机溶剂脱除试样中的脂蜡,利用硫酸溶解或水解试样中的非木质素成分,剩下的酸不溶解木质素残渣,经烘干、称量,计算得到木质素的含量。

### 5 仪器与设备

- 5.1 天平,感量 0.1 mg。
- 5.2 电热恒温鼓风干燥箱,室温 $\sim$ 150 $^{\circ}$ C, $\pm$ 2 $^{\circ}$ C。
- 5.3 植物粉碎机,0.125 mm $\sim$ 0.250 mm。
- 5.4 水浴恒温振荡器,室温 $\sim$ 100 $^{\circ}$ C, $\pm$ 2 $^{\circ}$ C。
- 5.5 电热恒温水浴锅,室温 $\sim$ 100 $^{\circ}$ C, $\pm$ 0.5 $^{\circ}$ C。
- 5.6 六联电炉,1 kW $\times$ 6。
- 5.7 脂肪提取器,250 mL,球型。
- 5.8 球型冷凝管,250 mL。

### 6 试剂与材料

除非另有说明,仅使用分析纯试剂,水应符合 GB/T 6682 规定的三级水。

- 6.1 苯—乙醇混合溶液(2+1):取 2 体积的苯与 1 体积的无水乙醇混合。
- 6.2 100 g/L 氯化钡溶液:称取 10 g 氯化钡(BaCl<sub>2</sub>)加水溶解,转移到 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻

度。

6.3 72%硫酸溶液(质量分数):量取 653.7 mL 硫酸慢慢倾入盛有冷水的烧杯中,不断搅拌,待冷却后,转移到 1 L 容量瓶中,用水定容至刻度(现配现用)。

6.4 11%硫酸溶液(质量分数):量取 65.6 mL 硫酸慢慢倾入盛有冷水的烧杯中,不断搅拌,待冷却后,转移到 1 L 容量瓶中,用水定容至刻度。

6.5 定性滤纸(中速)。

6.6 定量滤纸(中速):将滤纸放入硫酸溶液(6.4)完全浸透后,用耐酸镊子捞起,用水冲洗至不呈酸性,然后放入称量瓶(或铝盒)中烘至恒定质量。

6.7 广泛 pH 试纸。

## 7 试样制备

取 30 g~50 g 纤维样品用不锈钢剪刀剪碎成 1 cm 左右纤维碎段,放入电热恒温鼓风干燥箱(5.2)中,105℃干燥 1 h,用植物粉碎机(5.3)粉碎过 0.250 μm,装入试样袋或广口瓶保存备用。

## 8 分析步骤

### 8.1 脂蜡提取

从预先烘干的试样中称取 0.5 g(精确至 0.1 mg)试料,用定性滤纸(6.5)包好并用棉线捆牢,放入脂肪提取器(5.7)的浸提管内,试样高度低于溢流口 10 mm~15 mm,向脂肪提取器(5.7)烧瓶中加入 150 mL 苯—乙醇混合液(6.1),在水浴恒温下进行提取,控制回流速度为 4 次/h~6 次/h。从提取液开始滴落起计时,提取 3h,然后将试料包取出风干。

### 8.2 第一步酸水解

打开风干后的滤纸包,将苯—乙醇抽提后的试料移入 50 mL 磨口具塞锥形瓶,加入 15 mL 硫酸溶液(6.3),使试料全部为酸液所浸透。然后将锥形瓶置于 20℃或 20℃以上室温水浴恒温振荡器(5.4),设置振荡频率 120 r/min,振荡保温 2 h。

### 8.3 第二步酸水解

将上述锥形瓶内悬浮液全部移至 250 mL 锥形瓶中,加水至总体积为 150 mL,装好球型冷凝管(5.8),电炉(5.6)加热煮沸 1 h,取下静置 3 min~5 min,使木质素沉积下来。

### 8.4 过滤洗涤

用定量滤纸(6.6)过滤木质素沉积后的悬浮液,并用 50℃左右的温水将木质素连同滤纸一起洗涤干净。

注:以滤出的滤液滴加氯化钡溶液(6.2)不再混浊,广泛 pH 试纸(6.7)检查滤纸边缘不再呈酸性为准。

### 8.5 烘干称量

将洗涤干净后留存有木质素的滤纸移入称量瓶(或铝盒),放入电热恒温鼓风干燥箱(5.2),设置温度 105℃烘至恒量。

## 9 结果计算

木质素含量以质量分数  $w$  计,数值以百分率(%)表示,按式(1)进行计算。

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$  —— 定量滤纸与木质素总质量,单位为克(g);

$m_2$  —— 定量滤纸质量,单位为克(g);

$m_0$  ——试料质量,单位为克(g)。

同时进行两次平行测定,取其算术平均值至小数点后第二位。

#### 10 精密度

在重现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

---