



中华人民共和国国家标准

GB/T 36056—2018

林业生物质原料分析方法 可溶性糖的测定

Method for analysis of forestry biomass—
Determination of soluble saccharides content

2018-03-15 发布

2018-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

林业生物质原料分析方法

可溶性糖的测定

1 范围

本标准规定了林业生物质原料中可溶性糖的测定方法的术语和定义、原理、试剂和材料、仪器和设备、式样地采取和处理、实验步骤、结果计算和表达、检测低限和精密度、试验报告。

本标准适用于林业生物质原料中木糖、阿拉伯糖、果糖、甘露糖、葡萄糖、蔗糖含量的测定。

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 30366—2013 生物质术语
GB/T 35814—2018 林业生物质原料分析方法 样品处理方法
GB/T 35820—2018 林业生物质原料分析方法 取样方法
GB/T 36055—2018 林业生物质原料分析方法 含水率的测定

3 术语和定义

GB/T 30366—2013 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

林业生物质 forestry biomass

林业生产和加工过程中产生的生物质。主要包括林产品(如木材、竹材、藤材等)、林业剩余物(如枝丫、锯末、木屑、梢头、板皮和截头、果壳和果核等采伐剩余物和加工剩余物、造纸废弃物以及废弃木材)、能源林等。

[GB/T 30366—2013,定义 2.1.3]

3.2

林业生物质原料可溶性糖 soluble saccharides of forestry biomass

使用热水回流浸提法从林业生物质原料中提取的水溶性糖组分。主要包括木糖、阿拉伯糖、果糖、甘露糖、葡萄糖和蔗糖。

4 原理

用热水提取林业生物质原料中的可溶性糖,提取液经过滤、定容后,采用高效液相色谱测定,外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 除非另有说明,本标准所用试剂均为分析纯,所用水为蒸馏水或去离子水。

5.2 乙腈:色谱纯。

5.3 流动相水:色谱级。

5.4 糖标准品:木糖、阿拉伯糖、果糖、甘露糖、葡萄糖、蔗糖,纯度不低于98%。

5.5 糖标准贮备液:分别称取1 g(精确至0.1 mg)经过(45±3)℃干燥恒重后的木糖、阿拉伯糖、果糖、甘露糖、葡萄糖、蔗糖的标准品,置于100 mL容量瓶中,加蒸馏水溶解并定容,配制成浓度为10 mg/mL的混合糖标准贮备液。置于0℃~4℃冰箱中,可保存一个月。

5.6 糖标准工作液:分别吸取糖标准贮备液0.10 mL、0.30 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL置于10 mL容量瓶中,加蒸馏水溶解并定容,分别得到0.1 mg/mL、0.3 mg/mL、0.6 mg/mL、0.8 mg/mL、1 mg/mL、3 mg/mL、5 mg/mL的糖标准工作液。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪,配有示差折光率检测器或蒸发光检测器;建议色谱柱使用氨基色谱柱或其他一次进样能充分分离木糖、阿拉伯糖、果糖、甘露糖、葡萄糖、蔗糖的色谱柱。

6.2 电子天平:精度0.1 mg。

6.3 恒温水浴。

6.4 烘箱。

6.5 微量自动进样器:5 μL~50 μL。

6.6 粉碎机。

6.7 滤膜:0.22 μm。

6.8 玻璃锥形漏斗:口径75 mm。

6.9 定性滤纸:直径15 cm。

6.10 磨口锥形瓶:250 mL。

6.11 抽滤瓶:250 mL。

7 试样的采取和处理

按照GB/T 35820—2018和GB/T 35814—2018所述方法,对林业生物质原料进行试样的采取和处理。准备粒径为250 μm~425 μm(40目~60目)的风干试样不少于200 g,置于密闭容器中。

8 试验步骤

8.1 试样含水率的测定

按照GB/T 36055—2018所述湿基含水率测定方法测定试样的含水率。

8.2 可溶性糖的提取

称取4 g~5 g(m_1 ,精确至0.1 mg)试样,移入容量为250 mL的磨口锥形瓶中,加入50 mL 95℃~100℃的热蒸馏水。锥形瓶口装上回流冷凝管,置于沸水浴中(水浴的水平面需高于装有试样的磨口锥形瓶中的液面),浸提1 h,并经常摇荡。冷却后采用倾泻法经定性滤纸过滤,并收集滤液,滤渣用50 mL 95℃~100℃的热蒸馏水洗回到磨口锥形瓶中,重复上述浸提操作2次。合并3次滤液,置于200 mL容量瓶中,用蒸馏水定容至刻度(l_1),取约2 mL滤液,用0.22 μm微孔滤膜过滤至样品瓶,待测。

8.3 液相色谱分析

8.3.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱:氨基色谱柱(4.6 mm×250 mm, 3.5 μm),配有相应的保护柱;
- b) 流动相:乙腈(5.2):水(5.3):三乙胺=83:17:0.1(体积比),过 0.22 μm 滤膜;
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 柱温:30 ℃;
- e) 检测器:示差折光率检测器;
- f) 进样体积:5 μL~30 μL,取决于提取液浓度。

8.3.2 标准工作曲线的绘制

分别吸取 7 个浓度的糖标准工作液,经 0.22 μm 滤膜过滤后,注入高效液相色谱仪,在上述参考色谱条件下测定糖标准溶液的响应值(峰高),以糖浓度为横坐标、峰高为纵坐标,利用线性回归方法拟合各糖的标准工作曲线,即:

$$c_n = k_n A_n + b_n \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- n ——糖种类标识;
- c_n ——某糖标准溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- A_n ——某糖的液相色谱信号响应值;
- k_n ——某糖标准工作曲线的斜率,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- b_n ——某糖标准工作曲线的截距,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

8.3.3 试样中可溶性糖的测定

吸取提取液,注入高效液相色谱仪,在 8.3.1 色谱参考条件下测定提取液的响应值(峰高),对每个提取液进行重复进样。若提取液中糖浓度过高,先将提取液进行稀释(稀释比例记为 D),再进行测定。根据标准工作曲线计算提取液中木糖、阿拉伯糖、果糖、甘露糖、葡萄糖、蔗糖的含量(q_n)。

9 结果计算和表达

林业生物质原料中可溶性糖的含量 x_n ,单位用毫克每克(mg/g)表示,按式(2)计算:

$$x_n = \frac{D \times q_n \times l_1}{m_1} \times \frac{100}{100 - w} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- n ——糖种类标识;
- q_n ——根据标准工作曲线算出的提取液中糖的含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- D ——试样溶液检测前稀释倍数;
- l_1 ——提取液总体积,单位为毫升(mL);
- m_1 ——试样质量,单位为克(g);
- w ——试样含水率,%。

如果符合重复性,取两次独立测定的算术平均值作为测定结果,精确至小数点后两位。

GB/T 36056—2018

10 检测低限和精密度

10.1 检测低限

本标准对木糖、阿拉伯糖、果糖、甘露糖、葡萄糖、蔗糖的检测低限均为 1 mg/g。

10.2 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过这两个测定值的算术平均值的 5%。

11 试验报告

试验报告至少应包括以下信息：

- a) 本标准编号和名称；
 - b) 试样的详细信息,包括名称、种类、尺寸、数量、取样信息等；
 - c) 试验结果及必要的说明；
 - d) 试验中观察到的任何异常现象；
 - e) 与本标准的任何偏差；
 - f) 本标准或引用标准中未规定的并可影响结果的任何操作；
 - g) 试验人员、日期。
-



GB/T 36056-2018

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-58931