



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4087048/30-15

(22) 04.07.86

(46) 23.07.88. Бюл. № 27

(71) Научно-исследовательский ин-
ститут животноводства Лесостепи и
Полесья УССР

(72) Н.А. Романов, В.В. Мирось
и Н.В. Верягина

(53) 631.5/9:581.19(088,8)

(56) Петухова Е.А. и др. Зоотехнический
анализ кормов. М.: Колос, 1981, с. 59-61.

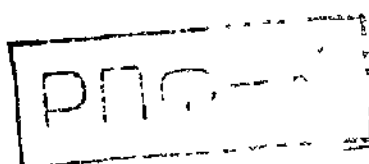
Robertson James A., Eastwood
Martin A., Gesman Michael M. An
investigation of lignin extraction
from Dietary Fibre using Acetyl Bro-
mide. - J. Sci Food and Age, 1979,
30, p. 1039-1042.

(54) СПОСОБ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕ-
НИЯ ЛИГНИНА В РАСТЕНИЯХ

(57) Изобретение относится к аналити-
ческой химии природных соединений.

Цель изобретения - повышение досто-
верности анализа. Лигнин экстрагируют
из растительного материала путем ще-
лочного гидролиза с 1-2%-ным раство-
ром NaOH при 150-165°С в течение
1-3 ч. Экстрагированный лигнин отделя-
ют от мешающих примесей в экстракте
путем фильтрации экстракта, подкис-
ления его 3-5% HCl до образования
осадка лигнина, выделения лигнина
на хроматографической колонке с диа-
томитом, деактивированным гексаметил-
дисилазоном, и последующего элюиро-
вания его из колонки диметилсульфок-
сидом. В полученном растворе опреде-
ляют содержание лигнина спектрофото-
метрированием в УФ-спектре. Способ
дает возможность получать достовер-
ные данные о содержании лигнина во
всех видах растений с чувстви-
тельностью 0,001% и относительным стан-
дартным отклонением, не превышающим
0,05. 3 ил., 2 табл.

(19) SU (11) 1411665 A1



Изобретение относится к аналитической химии природных соединений, в частности к способу определения лигнина в растениях.

Целью изобретения является повышение достоверности определения лигнина в растениях.

На фиг. 1 показана зависимость процента выхода лигнина из соломы от температуры при концентрации гидроокиси натрия 1,5% и времени гидролиза 2 ч; на фиг. 2 — то же, в зависимости от концентрации гидроокиси натрия при времени гидролиза 2 ч и температуре 160°C; на фиг. 3 — то же, в зависимости от времени гидролиза при концентрации гидроокиси натрия 1,5% и температуре 160°C.

Пример. Определение лигнина в соломе, силосе кукурузном, сене люцерны и моркови.

Навеску растительного материала 0,25 г заливают 10 мл 1,5%-ного раствора NaOH и выдерживают 2 ч при 160°C в герметично закрытой емкости. Полученный щелочной раствор лигнина отфильтровывают, подкисляют 3-5% HCl до образования хлопьевидного осадка лигнина и пропускают через хроматографическую колонку. Адсорбированный в колонке лигнин отмывают 50 мл воды от мешающих примесей и элюируют диметилсульфоксидом. Полученный элюат доводят диметилсульфоксидом до 50 мл и спектрофотометрируют в УФ-спектре при 275 нм. Расчет содержания лигнина ведут по оптической плотности раствора.

Результаты определения лигнина в соломе, силосе кукурузном, сене люцерны и моркови (% на абсолютно сухое вещество) приведены в табл. 1. Длительность проведения анализа составляет 4 ч.

Зависимость процента выхода лигнина от температуры, концентрации гидроокиси натрия и времени гидролиза изучена в широком интервале значений каждого из параметров. Исследована температура 120, 140, 150, 160, 165, 170, 180°C, при этом для каждой температуры исследован процент выхода лигнина в зависимости от времени (0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 ч) и концентрации гидроокиси натрия (0,5, 1,0, 2,0, 2,0%). При 160°C исследовалось также время 0,1 и 0,5 ч при концентрации гидроокиси натрия

1,5% и концентрации гидроокиси натрия 4%.

Из полученного экспериментального материала следует, что 100%-ный выход лигнина обеспечивается при проведении щелочного гидролиза с 1-2%-ным раствором гидроокиси натрия при 150-165°C в течение 1-3 ч.

При концентрации щелочи, времени и температуре гидролиза меньших, чем нижние границы указанных интервалов, происходит неполное выделение лигнина из растений.

При концентрации щелочи, времени и температуре гидролиза больших, чем верхние границы указанных интервалов, происходит снижение определяемых содержаний лигнина (фиг. 1-3), что объясняется вторичной конденсацией гидролизованного лигнина.

В табл. 2 представлены сравнительные экспериментальные данные предлагаемого способа с известным (% на абсолютно сухое вещество).

Как видно из данных табл. 2, использование предлагаемого способа определения лигнина дает возможность получать высоко достоверные данные при определении лигнина в различных растениях с относительным стандартным отклонением, не превышающим 0,05, при этом систематическая погрешность определения лигнина отсутствует.

Использование известного способа при определении лигнина в этих же растениях дает большее относительное стандартное отклонение, равное 0,12-0,18, при этом полученные результаты не достоверны, так как имеется систематическая погрешность определения лигнина, равная для соломы 16,5%, для силоса кукурузного 39,5%, для люцерны 24,5%, для моркови 63%.

Низкая достоверность данных, полученных при использовании известного способа, связана с тем, что лигнин не экстрагируется полностью из растений ацетилбромидом. Получаемое в связи с этим содержание лигнина возрастает с увеличением времени экстракции и уменьшением величины исходной навески, но не достигает предельного истинного значения. Кроме того, известный способ пригоден не для всех видов растений, так как определению лигнина мешают сопутствующие компоненты растений, экстрагируемые

ацетилбромидом из растений вместе с лигнином, а операции отделения лигнина от мешающих сопутствующих компонентов в известном способе не имеется.

В сравнении с базовым способом предлагаемый способ позволяет повысить достоверность получаемых результатов, сократить длительность анализа в 6-7 раз и в 100 раз увеличить его чувствительность.

Таким образом, использование изобретения позволяет строго количественно переводить лигнин из образца в раствор, исключать мешающее влияние сопутствующих компонентов и дает возможность получать достоверные данные о содержании лигнина во всех видах растений с чувствительностью 0,001% и относительным стандартным отклонением, не превышающим 0,05. УФ-спектры лигнина, полученные предлагаемым способом для различных видов растений, идентичны и хорошо воспроизводятся.

Это дает возможность широкого использования изобретения для оценки содержания лигнина в растениях при проведении научно-исследовательских работ, в сельскохозяйственном производстве при организации научно-обо-

снованной системы кормления животных и в других отраслях народного хозяйства, занятых производством растительных продуктов питания и кормов.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ количественного определения лигнина в растениях, путем экстракции его из растительного материала и последующего определения содержания лигнина в растворе спектрофотометрированием в УФ-спектре, отличающийся тем, что, с целью повышения достоверности анализа, экстракцию лигнина осуществляют путем щелочного гидролиза с 1-2%-ным раствором NaOH при 150-165°C в течение 1-3 ч, экстрагированный лигнин отделяют от мешающих примесей в экстракте путем фильтрации экстракта, подкисления его соляной кислотой до образования осадка лигнина, выделения лигнина на хроматографической колонке с диатомитом, деактивированным гексаметилдисилазоном, и последующего элюирования его из колонки диметилсульфоксидом, после чего в полученном растворе определяют содержание лигнина спектрофотометрированием.

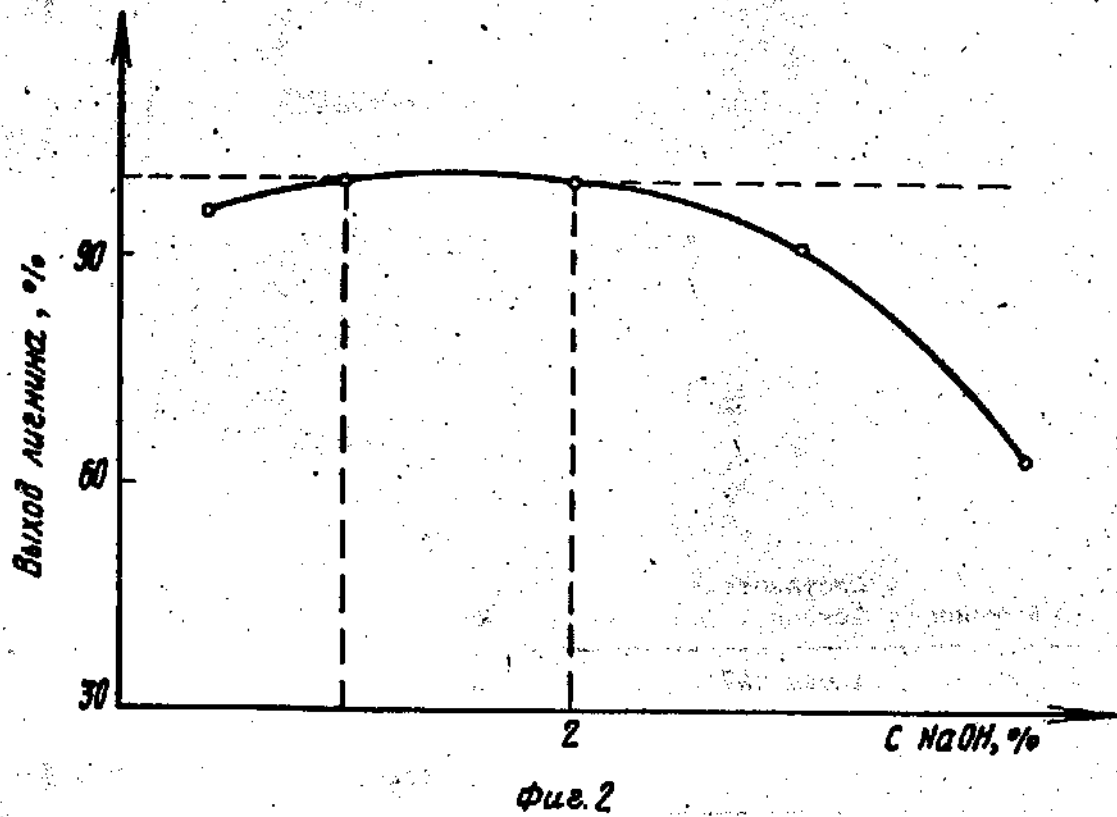
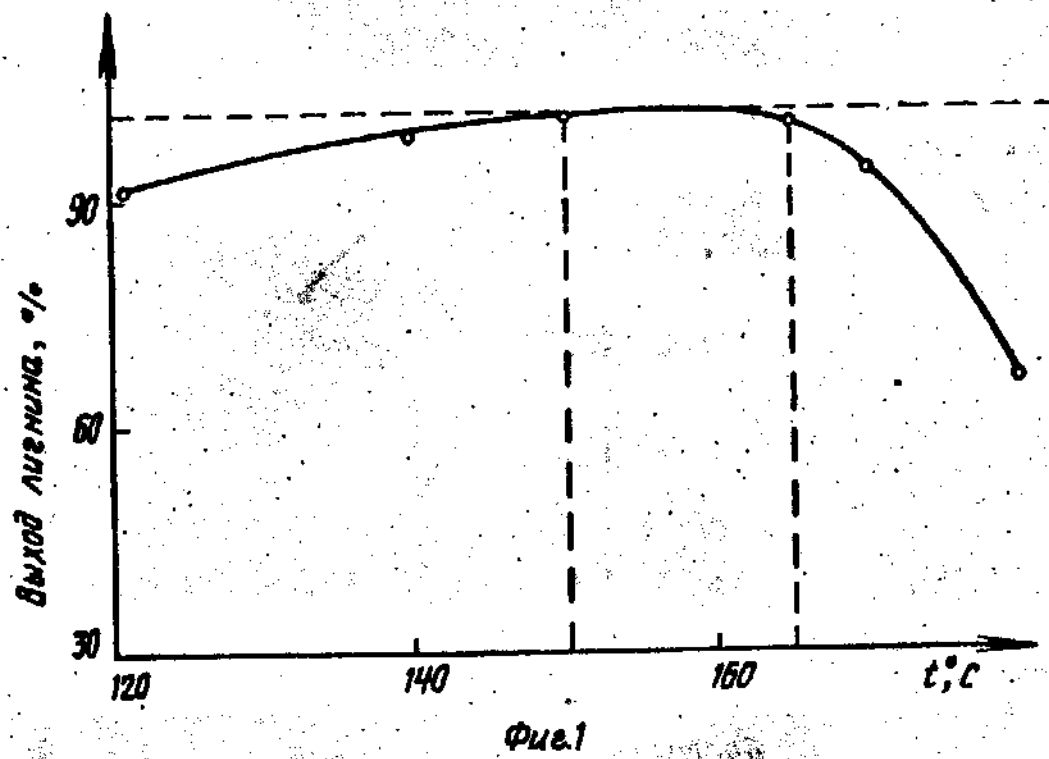
Т а б л и ц а 1

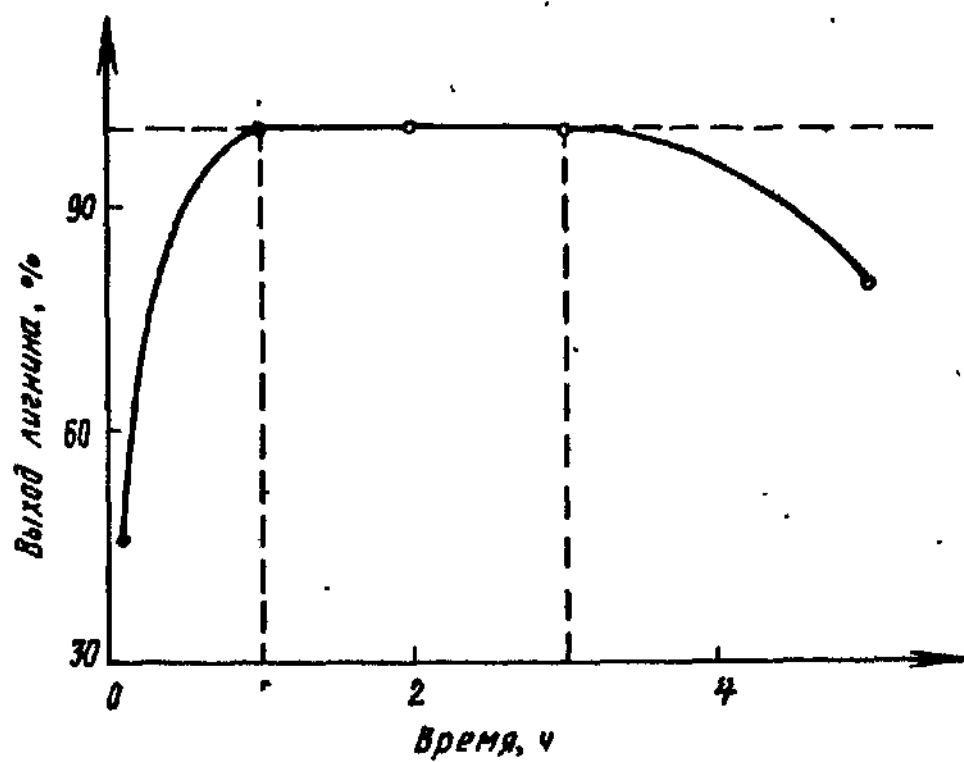
Объект анализа	Введение лигнина, % от навески	n	Найдено лигнина, %	Sr
Солома	Без добавки	20	12,17	0,042
—	4,0	10	16,30	0,030
Силос кукурузный	Без добавки	20	6,46	0,048
—	4,0	10	10,30	0,040
Сено люцерны	Без добавки	20	4,48	0,020
—	4,0	10	8,65	0,035
Морковь	Без добавки	10	2,46	0,035
—	4,0	10	6,50	0,045

Т а б л и ц а 2

Объект	Способ определения	Введено лигнина, % от навески *	n	Найдено лигнина, %	St	% выхода введенного лигнина
Солома	Предлагаемый	Без добавки	20	12,17	0,042	-
"	"	4,0	10	16,30	0,030	103,3
"	Известный	Без добавки	20	9,50	0,181	-
"	"	4,0	10	12,82	1,120	83,5
"	Базовый	Без добавки	20	12,37	0,082	-
Силос кукурузный	Предлагаемый	Без добавки	20	6,46	0,048	-
То же	"	4,0	10	10,30	0,040	96,0
"	Известный	Без добавки	22	3,44	0,174	-
"	"	4,0	10	5,86	0,160	60,5
"	Базовый	Без добавки	20	6,36	0,091	-
Сено люцерны	Предлагаемый	Без добавки	20	4,48	0,020	-
"	"	4,0	10	8,65	0,035	104,3
"	Известный	Без добавки	20	3,48	0,151	-
"	"	4,0	10	6,50	0,134	75,5
"	Базовый	Без добавки	20	4,55	0,073	-
Морковь	Предлагаемый	Без добавки	20	2,46	0,035	-
"	"	4,0	10	6,50	0,045	101,0
"	Известный	Без добавки	20	0,73	0,185	-
"	"	4,0	10	2,21	0,176	37,0
"	Базовый	Без добавки	20	2,30	0,085	-

* Лигнин вводят неизменным в виде добавки навески соответствующего растения с установленным базовым способом содержания лигнина.





Фиг.3

Редактор А. Ворович Составитель Л. Рубинова
 Техред А. Кравчук Корректор Н. Король

Заказ 4338 Тираж 847 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
 по делам изобретений и открытий
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4