

棉籽仁含糖量测试方法探索

张亮¹, 宋均燕², 夏鑫¹, 唐新军², 李少敏²

(1.新疆大学, 新疆乌鲁木齐 830046; 2.新疆溢达纺织有限公司, 新疆乌鲁木齐 830054)

摘要: 采用比色法和定量法分别测试了棉籽仁中糖分的含量。通过棉籽仁粉与不同显色试剂的颜色反应,可以直观看出糖的占比等级,并间接计算出棉籽仁中糖分的含量。试验结果表明:比色法中的棉籽仁溶液颜色呈现草绿色,含糖达到轻度,等级为3级。采用定量法测试,并绘制标准曲线,可定量地计算出新疆长绒棉棉籽仁的含糖量,为7.13%。通过两种方法的对比发现:比色法可以直观看出溶液的颜色变化,得出棉籽仁的含糖等级;定量法则能够较为准确地测量出棉籽仁中糖分的含量。

关键词: 棉籽仁; 含糖量; 含糖等级; 比色法; 定量法

中图分类号: TS102.211

文献标识码: B

文章编号: 1001-2044(2018)05-0014-03

DOI:10.16549/j.cnki.issn.1001-2044.2018.05.004

Testing method of sugar content in cottonseeds

ZHANG Liang¹, SONG Junyan², XIA Xin¹, TANG Xinjun², LI Shaomin²

(1.Xinjiang University, Urumqi 830046, China)

(2.Xinjiang Esquel Textile Co., Ltd., Urumqi 830054, China)

Abstract: The content of sugar in cottonseeds is tested by colorimetric and quantitative methods respectively. Color reaction of cottonseeds powder with different chromogenic reagents is able to watch the grade of the sugar directly and the content of sugar in cottonseeds can be calculated indirectly. The result shows that when the color of cottonseeds solution shows grass green in colorimetry, sugar content is mild of Class 3. Quantitative method is used by drawing a standard curve, and then sugar content of Xinjiang long-staple cottonseeds could be quantitatively calculated, and which is 7.13%. It is found that by comparing the two methods, colorimetric method can directly see the change of solution color to obtain the sugar content of cottonseeds and quantitative method can accurately measure the amount of sugar in cottonseeds.

Key words: cottonseeds; sugar content; sugar level; colorimetry; quantitative method

棉籽是棉花加工中的副产品,由棉籽壳和棉籽仁两部分组成,一般棉籽壳占25%~40%,棉籽仁占60%~75%^[1]。在轧花过程中,籽棉直接与皮辊或锯齿接触,有部分棉籽被压破,破碎的棉籽小颗粒会进入到棉花中。新疆棉纤维本身含糖较高^[2],糖会引起棉花黏性的增加^[3-4]。棉籽仁中含有糖分^[5],破碎的棉籽仁带入棉花中会给后续纺纱带来不利影响。因此有必要对棉籽仁的含糖进行定量或定性的检测。

目前对于棉籽仁中含糖量的测试没有统一的标准或者方法。个别企业利用红外光谱法进行棉籽仁成分的分析^[6],测试棉籽仁的含糖量。此方法存在设备昂贵,便利性不足,以及对操作人员要求较高等弊端。本文针对上述问题,结合现有棉花含糖量的测试方法,采用两种不同的方式进行棉籽仁含糖量的检测,以表征棉籽仁的含糖等级或含糖量,便于指导实际生产。

1 试验部分

收稿日期: 2017-09-11

基金项目: 自治区青年科技创新人才培养工程(Qn2015bs0071vc);新疆特色纺织材料开发及应用研究创新团队(201705151)

作者简介: 张亮(1988—),男,研究生,主要从事纺织材料与纺织品设计研究。

1.1 比色法

1.1.1 试验原料

长绒棉,产自新疆阿瓦提县,自籽棉中剥取10~15 g棉籽,经过手工拨壳得到棉籽仁,密封保存备用。

1.1.2 试验药材和仪器

无水碳酸钠(Na_2CO_3), AR; 柠檬酸三钠($\text{Na}_3\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), AR; 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), AR, 蒸馏水, 三级水。

JM-A3003型天平,精度0.001 g,余姚市纪铭称重校验设备有限公司产;电子万用炉,北京市永光明医疗仪器有限公司产;标准比色卡。

1.1.3 显色剂的配置

将173 g柠檬酸三钠和100 g无水碳酸钠溶于800 mL蒸馏水中;将17.3 g硫酸铜溶于100 mL蒸馏水中。混合两种溶液,用蒸馏水定容至1 000 mL,配置得到显色剂。

1.1.4 样品及试剂的制备

将棉籽仁在烘箱中于60℃下烘干8 h至恒定质量,人工研磨后过100目筛,取3份棉籽仁粉试样,每个试样取(1.00±0.01) g供试验用,余样备用。在

150 mL烧杯中加入40 mL蒸馏水和10 mL显色试剂,加热至沸30 s后静置,取出上清液,用水稀释至刻度。

1.1.5 样品测定

参照棉纺织行业棉花含糖检测标准 SN/T 0311.2—2010《进出口棉纤维含糖量检验方法 第2部分:色卡比色法》进行棉籽仁的含糖测试。根据样品所呈现的颜色,对照标准比色卡,根据其中的对应关系,分别定出每个样品的等级。若单个样品溶液的颜色在两个标准比色卡颜色之间,则取这两个标准比色卡评定等级的平均值。

1.2 定量法

1.2.1 试验原料

长绒棉,产自新疆阿瓦提县。自籽棉中剥取10~15 g棉籽,经手工拨壳得到棉籽仁,密封保存备用。

1.2.2 试验材料和仪器

蒸馏水,三级水;硫酸,AR,质量浓度1.84 g/mL;3,5-二羟基甲苯,AR;脂肪酸烷醇酰胺,工业级;D-果糖,AR。

UV759S型紫外-可见分光光度计;天平,精度为0.001 g,上海上天精密仪器有限公司产;电热恒温水浴锅,北京市永光明医疗仪器厂产;电子万用炉,北京市永光明医疗仪器有限公司产;SHB-ⅢS型循环水式多用真空泵,郑州长城科工贸有限公司产;ZNCL-BS型智能磁力搅拌器,郑州科华仪器设备有限公司产;锥形瓶、移液管、量筒、比色管若干。

1.2.3 样品及试剂的制备

将棉籽仁取出,在烘箱中于60℃下烘干8 h至恒定质量,人工研磨过100目筛,随机取3个试样,每个试样取(2.00±0.01)g供试验用,余样备用。反应试剂的配置参照标准进行。

1.2.4 糖标准工作曲线的绘制

制定标准工作曲线的方法参照 GB/T 16258—2008《棉纤维含糖试验方法 定量法》进行前期试样制取及吸光值的测定。称取0.200 g D-果糖,用水稀释放定容至100 mL。用移液管分别吸取0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、4.0、5.0 mL糖标准溶液,分别注入50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度。吸取糖标准工作溶液1.0 mL,注入25 mL比色管中,将比色管置于70℃恒温水浴锅内,快速加入3,5二羟基甲苯-硫酸溶液2.0 mL,摇匀置于水浴锅40 min,取出加入0.04%脂肪酸。以糖的标准工作溶液浓度为横坐标,以吸光值为纵坐标绘制

工作曲线。

1.2.5 试样的配置及测定

取已经准备好的棉籽仁试样3份,分别置于锥形瓶中,加入0.005%脂肪酸烷醇酰胺溶液200 mL,在磁力搅拌器上搅拌20 min,用玻璃砂芯坩埚抽滤,得到3份试样溶液。然后采用1.2.4标准曲线中试样制备的方法,进行试样溶液的后续配置及吸光值的测定。

1.2.6 表征方式

将试样溶液的吸光值减去空白溶液的吸光值,在工作曲线上查出试样溶液的糖浓度,按式(1)计算含糖率。

$$X = \frac{200 \times c(1+R_0)}{m \times 1000(1+R)} \times 100 \quad (1)$$

式中: X ——试样含糖率,%;

c ——在标准工作曲线上查得试样溶液中糖的浓度值;

m ——试样质量,g;

R_0 ——棉籽仁粉末含水潮率,为8.5%;

R ——棉籽仁粉末的实际回潮率,%

2 结果与讨论

2.1 色卡比色法

在标准条件下,样品与试剂经过一系列反应后空白溶液的颜色呈蓝色,而棉籽仁反应溶液的颜色呈现草绿色。棉籽仁中糖分子所含的醛基(-CHO)、酮基(-R-CO-R)具有还原性,当含糖的试液加入显色剂加热至沸后,溶液中的二价铜离子(蓝色)和反应生成的氧化亚铜(红色)因混合比例不同而呈现各种颜色,可分为蓝、绿、草绿、橙黄、茶红5种颜色,对应棉籽仁中不同的糖含量,对照标准色卡目视比色,评定出含糖等级。溶液颜色、含糖等级及Munsell色谱对照表见表1。

表1 溶液颜色、棉纤维含糖等级及Munsell色谱对照表

溶液颜色	棉纤维含糖等级/级	Munsell 色谱色标及彩度	Cu ⁺⁺ 与Cu ⁺ 浓度比率
蓝	1	5B,6/8	Cu ⁺⁺
绿	2	5GB,6/4	Cu ⁺⁺ >Cu ⁺
草绿	3	2.5G,6/8	Cu ⁺⁺ =Cu ⁺
橙黄	4	7.5Y,7/10	Cu ⁺⁺ <Cu ⁺
茶红	5	10YR,6/10	Cu ₂ O

含糖程度分别为无、微、轻、稍多、多5个程度时,其平均含糖等级为≤1.2、1.3~2.2、2.3~3.2、3.3~4.2、≥4.3。结合表1可以看出,试验溶液呈现草绿色,对

应的浓度比率为 $\text{Cu}^{++} = \text{Cu}^+$, 含糖程度为轻度, 平均等级在 2.3~3.2。通过试剂颜色和标准比色卡的比对可以发现, 溶液的颜色较深, 综合可得出棉籽仁的平均含糖等级在 3.0 级左右。试剂制备好后静置一段时间, 取上清液比对颜色较为准确。此测试方法虽然简单、快捷, 但只能测试出含糖量的范围值, 且受主客观因素影响较大。主要是测试结果对照比色卡只能做出一个定性的判断, 且比色卡分为 5 个等级, 每档之间颜色差异较大, 评级时不好掌握, 容易引起争议; 比色卡的材质为纸质卡片, 长期使用会发生褪色, 从而影响判断结果; 含糖液呈现的颜色和比色卡比对, 结果只能用文字表述, 受人的主观因素影响较大^[7]。

2.2 定量法

2.2.1 工作曲线的制作分析

在分光光度计上测量 8 种不同质量浓度的 D-果糖吸光度值, 取波长 425 nm 处的吸光度值, 见表 2。

表 2 果糖不同质量浓度处的吸光度值 A

项目	质量浓度/(mg · L ⁻¹)								
	空白	0.02	0.04	0.06	0.08	0.10	0.12	0.16	0.20
吸光度	0.404	0.409	0.490	0.564	0.635	0.710	0.788	0.890	1.064
吸光度差	—	0.005	0.086	0.160	0.231	0.306	0.383	0.485	0.659

从表 2 可以看出, 随着果糖质量浓度的增大, 吸光度也逐渐增大, 吸光度差也随之增大。利用一元线性关系, 制作出 D-果糖标准工作曲线, 拟合度为 0.996 1, 接近于 1, 表示曲线的拟合度良好, 果糖质量浓度与吸光度差呈正相关关系。

2.2.2 棉籽仁的吸光度值

在非离子表面活性剂的作用下, 棉籽仁中的糖分溶于水, 糖分在强酸性介质下转换为醛类, 与 3,5-二羟基甲苯发生显色反应, 生成黑红褐色络合物, 用分光光度计在波长为 425 nm 处与标准工作曲线进行比较。3 组棉籽仁试样液的吸光值曲线见图 1。

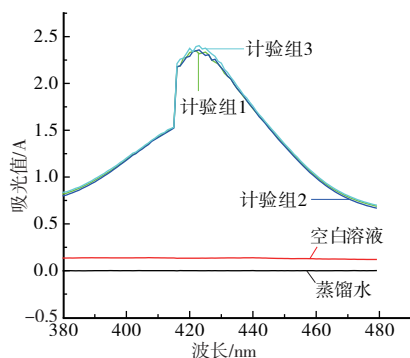


图 1 棉籽仁吸光曲线

如图 1 所示, 由吸光曲线可以看出, 3 条曲线波动性较小, 重合性较高, 在试验误差范围之内。棉籽仁吸光值在波长 425 nm 左右出现峰值。取 425 nm 波长处的吸光最大值见表 3。

表 3 3 组棉籽仁的不同吸光度值 A

项目	试验组 1	试验组 2	试验组 3	平均值
空白	0.133 2	0.133 2	0.133 2	0.133 2
吸光度	2.348 7	2.349 4	2.394 0	2.364 0
吸光度差	2.215 5	2.216 2	2.260 8	2.230 8

将表 3 中棉籽仁溶液在各个峰值处的吸光度平均值代入式(1), 可得出棉籽仁的含糖值。考虑到棉籽仁粉末在空气中存在吸湿问题, 因此试验前将棉籽仁粉末在烘箱中烘干, 以其干湿度之差得出棉籽仁粉末的回潮率, 综合计算得出棉籽仁的含糖率为 7.13%。在测试过程中, 试样制备好后应尽快上机测试, 否则一段时间后会生成红褐色的絮状物, 阻挡试样对波长的吸收, 不能用于后续的测试。此方法试验过程较为繁琐, 需绘制参比糖样的标准曲线, 操作复杂、用时长、快捷便利性不够, 同时对精确度要求也较高, 对企业试验人员的业务水平要求也较高。但是通过测试计算得出的含糖数据能较为准确地反映出含糖量。

3 结 语

(1) 采用比色卡比色法测试棉籽仁中的含糖量, 反应溶液颜色呈现草绿色, 含糖达到轻度, 等级为 3 级。此方法方便快捷、容易操作, 对操作人员水平要求较低, 可实现性较强。一般棉纺织企业有能力配备相关的试剂进行测试, 是一种灵活的定性测试方法。

(2) 采用定量法测试棉籽仁中的含糖量, 可精确得出棉籽仁的含糖量, 为 7.13%。但此试验方法过程较为繁琐, 对操作人员的水平要求较高。总体来说是一种比较合理、准确的测试棉籽仁含糖量的方法。



参考文献:

- [1] 赵康. 棉籽油色泽固化及高品质棉籽油制取的研究[D]. 无锡: 江南大学, 2013.
- [2] 杨锐, 祁春利, 李疆. 棉籽加工预处理新工艺[J]. 农村新技术, 2009(10): 67-68.
- [3] ABDUL, RAHIMAN P, UMA M S, RANJEETHKUMAR B V, et al. Evaluation of sticky colour traps against coffee berry borer, hypophene-mus hampei ferrari[J]. Pest Management in Horticultural Ecosystems, 2013, 19(1): 119-120.

☞ (下转第 23 页)

2 防花粉性能检测方法的现状分析

我国对纺织品防花粉性能的检测方法已经有了相关标准,其中 GB/T 29864—2013《纺织品 防花粉性能试验方法 气流法》已发布,《纺织品 防花粉性能试验方法 振动法》和《纺织品 防花粉性能试验方法 滚箱法》还在起草阶段,尚未公开发布。通过对这3种纺织品防花粉性能检测方法的比较研究,对它们的适用范围、方法原理、评价指标等方面的差异和存在的问题总结如下。

(1)我国现有的纺织品防花粉性能检测标准仅适用口罩产品。GB/T 29864—2013《纺织品 防花粉性能试验方法 气流法》采用了20 L/min的气流量在织物的一面对织物另一面的花粉进行吸引,并用滤纸收集透过织物的花粉量。人体正常状态下呼吸的气流量为(12~30)L/min,因此,该方法主要模拟的是人体佩戴口罩后防止花粉透过的情况。但对于服装类、家纺类等穿着和使用时不会产生呼吸气流的产品,不适用该方法。而《纺织品 防花粉性能试验方法 振动法》和《纺织品 防花粉性能试验方法 滚箱法》主要模拟的是纺织品在黏附花粉后,人们通过拍打、抖动的方式去除花粉的实际情况。因此,振动法和滚箱法更适合应用于服装和家纺产品。

(2)我国纺织品防花粉性能检测标准缺少评价指标。现行的 GB/T 29864—2013《纺织品 防花粉性能试验方法 气流法》仅针对口罩类产品,且该标准仅规定了试验方法,没有提出评价要求。因此,在实际使用过程中,该标准无法对产品防花粉性能的优劣进行评价。《纺织品 防花粉性能试验方法 振动法》中同样也没有对纺织品防花粉性能的评价指标进行规定。而《纺织品 防花粉性能试验方法 滚箱法》对防花粉性能产品应达到的指标进行了明确规定,通过评级的方式,分别对纺织品花粉抗黏附性和花粉易脱落性进行考核评定,更有利于市场监管和企业对相关产品的质量

控制。

(3)气流法和振动法防花粉试验中的一些操作方

法有待改进。其一,气流法和振动法中要求将花粉均匀于撒于试样表面,然而在实际操作中,由于花粉相互之间易黏附,花粉播撒时容易局部堆叠,造成花粉播撒不匀,进而影响试验结果;而滚箱法采用的是木球、花粉、试样三者随机翻滚的方式,由于木球在翻转过程中的振荡摩擦,使得花粉不会在试样表面堆积,能够使花粉较均匀地黏附在织物表面。其二,振动法中使用显微镜对试样表面花粉个数进行计数的方式工作量大,不够便捷;而气流法和滚箱法则分别运用了称重和评级的方式,方式更为简便。其三,振动法和滚箱法主要针对服装和家纺产品,振动法仅评价试样对花粉的易脱落性能,而滚箱法评价试样对花粉的抗黏附性能和易脱落性能两个指标,更加全面且体现了实际使用情况。

3 结 语

目前纺织品防花粉性能的检测方法有气流法、振动法和滚箱法。气流法用于口罩类产品的测试,评价产品对花粉的防透过性能;振动法和滚箱法用于服装和家纺类产品的测试,评价产品对花粉的抗黏附性和易脱落性。我国现行纺织品防花粉性能检测方法标准仅适用于口罩类产品,且缺少评价指标,因此,应当进一步完善我国纺织品防花粉性能的检测标准,针对不同的防花粉纺织品,明确其适用的防花粉性能试验方法和评价要求,并建立合适的评价体系,对于促进该类功能性纺织品产业的健康发展和保护消费者权益具有重要意义。



参考文献:

- [1] 刘志华.花粉过敏的原因、预防和治疗[J].生物学教学,2013,38(1):52-53.
- [2] 何秀玲.花粉在织物上脱落性能的测试方法[J].棉纺织科技,2013,41(8):579-581.
- [3] 张鹏,黄杨,李卫东,等.防花粉纺织品及其检测方法的研究进展[J].中国纤检,2018(1):83-85.
- [4] 何秀玲.口罩产品防花粉性能检测方法研究[J].纺织标准与质量,2011(1):30-33.

(上接第16页)

- [4] WILSON L, DOWNES S, KHAN M, et al. IPM in the transgenic era: A review of the challenges from emerging pests in Australian cotton systems[J]. Crop and Pasture Science, 2013(64):737-749.
- [5] 王梦颖.棉籽蛋白和多糖提取工艺的研究[D].泰安:山东农业大学,2014.

- [6] 王景.棉籽仁主要营养成分近红外光谱评定研究[D].洛阳:河南科技大学,2012.
- [7] 刘瑞,叶生文,陈契,等.棉糖测定方法研究进展[J].棉纺织技术,2016,44(3):80-84.