ICS 65.020
CCS B 60

# LY

# 中 华 人 民 共 和 国 林 业 行 业 标 准

LY/T ××××—20××

# 竹材主要化学成分测试方法

Text methods for main chemical components of bamboo

（报批稿）

20××－××－××发布　　20××－××－××实施

国家林业和草原局　　发 布

# 前　　言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国竹藤标准化技术委员会（SAC/TC 263）提出并归口。

本文件起草单位：国际竹藤中心、安徽农业大学、福建农林大学、中南林业科技大学、中国林业科学研究院、北京林业大学、南京林业大学、浙江农林大学、浙江省林业科学研究院、广东省林业科学研究院、西南大学。

本文件主要起草人：王汉坤、余雁、张双燕、黎静、李志强、卿彦、张雪霞、陈红、聂玉静、张文福、文甲龙、李万菊、任丹、钟士华、方长华、袁晶、张晓凤。

# 竹材主要化学成分测试方法

## 1 范围

本文件规定了竹材中主要化学成分灰分、木质素、综纤维素和纤维素含量的测定方法。

本文件适用于各种竹材主要化学成分灰分、木质素、综纤维素和纤维素的定量分析。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2677.1—1993 造纸原料分析用试样的采取

GB/T 2677.2—2011 造纸原料水分的测定

GB/T 2677.6—1994 造纸原料有机溶剂抽出物含量的测定

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

**竹材木质素 bamboo lignin**

一类无定形的、分子结构中含有苯丙烷或其衍生物结构单元的芳香族高分子聚合物。

3.2

**竹材综纤维素 bamboo holocellulose**

去除木质素、抽提物后，纤维素和半纤维素的统称。

3.3

**竹材纤维素 bamboo cellulose**

由D-葡萄糖以1,4-β-糖苷键连接而成的线型高分子化合物。

3.4

**竹材灰分 bamboo ash**

经温度为（575±25）℃中灼烧后的残余物。

## 4 竹粉样品制备

### 4.1 试材采集

采集同一产地、同一竹种的竹材，标明竹材竹种、竹龄、产地、采伐年月等。

### 4.2 试材制备

根据测试要求，切成约 10 mm 长、1.5 mm 厚、竹壁宽的薄竹片，参照 GB/T 2677.1—1993 按四分法采集均匀薄竹片试样约 1000 g。

### 4.3 样品制备

将试样置入粉碎机，粉碎获得 30-120 目样品，室温贮存备用。

## 5 抽提物去除

### 5.1 试剂

5.1.1 蒸馏水。

5.1.2 苯 $C_6H_6$：分析纯。

5.1.3 乙醇 $CH_3CH_2OH$：95 %（分析纯）。

5.1.4 苯-乙醇混合液：2：1（体积比）。

### 5.2 仪器设备

5.2.1 恒温水浴锅。

5.2.2 烘箱：10-250 ℃。

5.2.3 分析天平：0.0001 g。

5.2.4 锥形瓶：300 mL，500 mL。

5.2.5 G2 玻璃滤器。

5.2.6 索氏抽提器：150 mL。

5.2.7 称量瓶。

5.2.8 干燥器。

### 5.3 试验步骤

5.3.1 称取样品按 GB/T 2677.2-2011 测定其水分。

5.3.2 称取（6.0±0.1）g（精确至 0.0001 g）样品，平均分装移入 3 个加入 200 mL（95~100）℃热蒸馏水的 300 mL 锥形瓶中，将盛有样品的锥形瓶装上回流冷凝管或空气冷凝管，置于沸水浴中（水浴的水平面需高于装有样品的锥形瓶中的液面）加热 3 h。

5.3.3 处理后的样品采用倾泻法经 G2 玻璃滤器过滤，用热蒸馏水洗涤残渣及锥形瓶，并将锥形瓶中残渣全部洗入滤器中。继续洗涤至洗液无色后，再洗（2~3）次，吸干滤液，气干，干燥器中保存备用。

5.3.4 称取 5.3.3 样品（3.0±0.2）g（精确至 0.0001 g），参照 GB/T 2677.6-1994 去除其有机溶剂抽提物。

## 6 灰分的测定

### 6.1 仪器设备

6.1.1 坩埚：材质为铂、陶瓷或二氧化硅，容量不小于 10 g。

6.1.2 电炉：1kW。

6.1.3 马弗炉：能保持温度在（575 ±25）℃。

### 6.2 试验步骤

**6.2.1** 将坩埚放入马弗炉中，于温度（575±25）℃下灼烧 4 h 后，置于干燥器中冷却 1 h，称重（精确至 0.0001 g），重复以上操作至相邻两次称量差值小于 0.0002 g，即达恒重。

**6.2.2** 称取样品按 GB/T 2677.2-2011 测定其水分，计算出样品绝干质量。

**6.2.3** 称取 4.3 制备的（2.0 ~3.0） g 样品，置于预先煅烧至恒重的坩埚中，炭化至无烟，移入马弗炉中，在（575±25） ℃下灼烧 4 h，重复以上操作至相邻两次称量差值小于 0.0002 g，冷却至室温，称量坩埚残余物的总质量（精确至 0.0001 g）。

### 6.3 结果计算

灰分含量 X（%）按式（1）计算：

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \% \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（1）$$

式中：

X——灰分含量，%；

$m_1$——灼烧后恒重坩埚质量，单位为克（g）；

$m_2$——灼烧后盛有残余物坩埚质量，单位为克（g）；

$m$——绝干样品质量，单位为克（g）。

同时进行两份平行测试，取其算术平均值作为测定结果，保留到小数点后两位，相对误差应不超过 1 %。

## 7 木质素测定

### 7.1 试剂

**7.1.1** 硫酸溶液：分析纯，72%。

**7.1.2** 蒸馏水。

**7.1.3** 定量滤纸和定性滤纸。

**7.1.4** pH 试纸。

### 7.2 仪器设备

**7.2.1** 具塞磨口锥形瓶：100 mL。

**7.2.2** 锥形瓶：1000 mL。

**7.2.3** 量筒：500 mL。

**7.2.4** 抽滤瓶：1000 mL。

**7.2.5** 真空泵：0.1MPa。

### 7.3 试验步骤

**7.3.1** 称取已根据 5 去除抽提物样品按 GB/T 2677.2-2011 测定其水分。

**7.3.2** 称取已根据 5 去除抽提物样品 1.0 g（精确至 0.0001 g），移入 100 mL 的具塞锥形瓶中，移入 100 mL 的具塞锥形瓶中，加入冷却至（12~15）℃的（72.0±0.1） %硫酸溶液 15 mL，使试样全部被硫酸溶液所浸渍，盖好瓶塞。然后将锥形瓶放入（18~20）℃的恒温水浴中，保温 2.5 h，并不断摇荡锥形瓶，确保瓶内反应均匀。

**7.3.2** 到规定时间后，将锥形瓶内容物在蒸馏水的漂洗下全部移入 1000mL 锥形瓶中，继续加入蒸馏水（包括漂洗用）至总体积为 560 mL。将此锥形瓶放在电炉上加热煮沸，在此期间应不断加入蒸馏水以保持 560 mL 总体积不变，煮沸 4 h 后，静置，使不溶物沉淀下来。

**7.3.3** 采用已恒重的定量滤纸（3 %硫酸溶液洗涤 3 次~4 次，再用蒸馏水洗涤至洗液用 pH 试纸测试不显酸性，烘至恒重），过滤锥形瓶中试样，并用蒸馏水洗涤至滤纸边缘用 pH 试纸测试不显酸性为止。然后将滤纸和残渣移入已恒重的称量瓶中，置于温度为（105±2 ）℃烘箱中烘至恒重，冷却，称重。

### 7.4 结果计算

木质素含量 $X_1$（%）按式（2）计算：

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% - X \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（2）$$

式中：

$X_1$——木质素含量，%；

$m$——绝干试样质量，单位为克（g）；

$m_1$——恒重称量瓶质量，单位为克（g）；

$m_2$——称量瓶和木质素恒重后总质量，单位为克（g）；

X——按照 6 测定灰分含量，单位为克（g）。

同时进行两份平行测试，取其算术平均值作为测定结果，保留到小数点后两位，相对误差应不超过 2 %。

## 8 综纤维素测定

### 8.1 试剂

**8.1.1** 亚氯酸钠：化学纯级以上。

**8.1.2** 冰醋酸：分析纯。

### 8.2 仪器设备

锥形瓶：250 mL，25 mL。

### 8.3 试验步骤

**8.3.1** 称取已根据 5 去除抽提物样品按 GB/T 2677.2-2011 测定其水分。

**8.3.2** 称取已根据 5 去除抽提物样品 2.0 g（精确至 0.0001 g），移入 250 mL 锥形瓶中，加入 65 mL 蒸

馏水、0.5 mL 冰醋酸、0.75 g 亚氯酸钠（按 80 %计），混合均匀，扣上 25 mL 小锥形瓶，置于 75 ℃恒温水浴中加热 1 h。加热过程中不断旋转并晃动锥形瓶。反应 1 h 后（不必冷却溶液），继续向瓶内加入 0.5 mL 冰醋酸及 0.75 g 亚氯酸钠，摇匀，在 75 ℃水浴中继续加热 1 h，如此重复进行直至样品变白（最少需要重复三次）。

**8.3.3** 将锥形瓶从水浴中取出，充分冷却，用已恒重的 G2 玻璃滤器过滤，并用蒸馏水反复冲洗至滤液不再呈酸性，最后用无水乙醇洗涤 3 次，吸干滤液。

**8.3.4** 将已洗涤的滤器放入（105±2） ℃烘箱中烘至恒重。

### 8.4 结果计算

综纤维素含量 $X_2$（%）按式（3）计算：

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% - X \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（3）$$

式中：

$X_2$——综纤维素含量，%；

$m$——绝干试样质量，单位为克（g）；

$m_1$——恒重滤器质量，单位为克（g）；

$m_2$——恒重滤器与多糖总质量，单位为克（g）。

X——按照 6 测定灰分含量，单位为克（g）。

同时进行两份平行测试，取其算术平均值作为测定结果，保留到小数点后两位，相对误差应不超过 1 %。

## 9 纤维素测定

### 9.1 试剂

**9.1.1** NaOH 溶液：分析纯，17.5%。

**9.1.2** NaOH 溶液：分析纯，9.5 %。

**9.1.3** 乙酸溶液：分析纯，2 mol/L。

### 9.2 试验步骤

**9.2.1** 称取已根据 8 脱除木质素样品按 GB/T 2677.2-2011 测定其水分。

**9.2.2** 称取已根据 8 样品 2.0 g（精确至 0.0001 g），移入（100~150） mL 的干烧杯中，加入 30 mL 浓度为 17.5%的 NaOH 溶液，置于（20±0.5 ）℃的恒温水浴中丝光化处理 45 min。

**9.2.3** 规定时间到后，加入 30 mL 蒸馏水并搅拌（1~2） min，用已恒重的 G2 玻璃滤器过滤，得到不溶残渣。

**9.3.4** 用 25 mL 9.5 % NaOH 溶液对已收集好的不溶残渣样品重复洗涤 3 次，每次洗涤时间约（2~3） min，吸干滤液，然后用 400 mL 蒸馏水分次洗涤，吸干滤液。

9.3.5 在不使用真空吸滤的情况下，加入 2 mol/L 乙酸溶液浸没试样，浸渍时间约 5 min。

9.3.6 规定时间到后，吸干滤液，用蒸馏水反复冲洗至洗液不呈酸性，吸干蒸馏水，取下滤器，放入（105±2）℃烘箱中烘至恒重。

## 9.4 结果计算

纤维素含量 $X_3$（%）按式（4）计算：

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% - X \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（4）$$

式中：

$X_3$——纤维素含量，%；

$m$——绝干试样质量，g；

$m_1$——恒重滤器质量，g；

$m_2$——恒重滤器与纤维素总质量，g。

X——按照 6 测定灰分含量。

同时进行两份平行测试，取其算术平均值作为测定结果，保留到小数点后两位，相对误差应不超过 1 %。

## 10 试验报告

应包括下列全部或部分内容：

a）试验项目名称及执行标准号；

b）试验或测试样品名称、种类、数量、取样信息等；

c）所使用的试验方法；

d）试验结果及必要的说明；

e）试验中观察到的任何异常现象；

f）试验人员、日期及其他。

# 《竹材化学成分测试方法》
# 林业标准编制说明

（报批稿）

**国际竹藤中心**

**2020 年 7 月**

# 目　录

1　工作简况.....1
1.1　任务来源.....1
1.2　主要起草、协作单位及承担的工作.....1
1.3　主要工作过程.....1
2　标准编制的原则和主要内容.....1
2.1　编制背景.....1
2.2　编制原则.....2
2.3　主要内容.....2
3　主要试验方法来源及验证分析.....4
3.1　试验方法来源.....4
3.2　验证试验分析.....4
3.3　总结.....8
4　采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比.....8
5　与有关现行法律、法规和强制性国家标准、行业标准的关系.....9
6　强制性标准或推荐性标准的建议.....9
7　贯彻标准的要求、措施与建议，包括组织措施、技术措施、过渡方法等内容.....9
8　废止现行有关标准的建议.....9
9　其他应予说明的事项.....9
10　标准征求意见情况.....9

# 1　工作简况

## 1.1　任务来源

本标准的制定项目计划由国家林草局科技司 2019 年林业行业标准制项目下达，项目计划编号：2019-LY-113，项目名称：竹材化学成分测定方法，技术归口单位：全国竹藤标准化技术委员会。

## 1.2　主要起草、协作单位及承担的工作

本标准起草单位为国际竹藤中心，协作单位为安徽农业大学、福建农林大学、中南林业科技大学、中国林业科学研究院、北京林业大学、南京林业大学、浙江农林大学、浙江省林业科学研究院、广东省林业科学研究院、西南大学。

## 1.3　主要工作过程

2019 年 6 月，标准项目获批准后，成立《竹材化学成分测定方法》行业标准编制工作小组，国际竹藤中心作为主持编制单位，开始搜集国内外有关技术资料和相关标准。

2019 年 8 月，成立标准起草工作小组，举行起草小组第一次会议，对小组成员的工作任务进行了分工。制定工作计划，在前期工作的基础上，补充查询国内外相关文献资料和标准，完善测试实验。

2019 年 8-12 月，按照标准立项申报建议书和项目任务书中的主要项目开始技术准备工作，讨论确定标准框架方案，验证测试方法，并进行逐项验证实验研究，形成可靠的参考资料。

2020 年 1-7 月，标准起草小组经过多次讨论和修改，完成《竹材化学成分测定方法》征求意见稿（含标准编制说明稿）。

2020 年 8 月-至今，进入标准制定的征求意见阶段。

# 2　标准编制的原则和主要内容

## 2.1　编制背景

我国竹类资源丰富，竹子种类、分布范围和竹林面积均居世界首位。作为一种重要的可持续利用的绿色资源，竹材具有质量轻、强度高、生长周期短等优点。近年来，随着科学技术的不断发展，竹材被广泛的用于家具、装修、建筑和运输

等领域。但是，当前对于竹子资源的开发只停留在低附加值利用，表现在利用率低、劳动密集、生产粗放、技术落后且高附加值产品少，这一现状严重的制约了我国竹产业的可持续发展。

竹材主要由纤维素、半纤维素和木质素等组成，这些化学成分的天然有机结合决定了竹材的性能，并最终影响竹材的加工利用。淀粉是植物中重要的非结构性碳水化合物，由葡萄糖分子聚合形成，是植物生长必不可少的营养物质。与木材相比，竹材中淀粉含量较高。因此，对竹材进行化学成分定量分析成为资源利用的关键。目前，关于竹材化学成分的测试方法，国内外尚未有统一标准。对竹材化学成分的测试多参照造纸原料相关方法进行，缺乏针对竹材进行分析的方法和相关标准，严重影响了竹资源的合理、有效利用，从而阻碍了竹产业的发展。为了更好地开发和利用竹资源，促进我国竹产业的技术升级和规范化，必须根据竹材本身特性，制定统一的测定竹材化学成分的方法。

鉴于此，为了科学制定竹材化学成分测定方法，标准负责起草单位国际竹藤中心参考国内外有关资料，进行大量实验，结合国内行业实际情况，特制定此《竹材化学成分测定方法》林业行业标准草案，为竹材及其他禾本科植物的化学成分提供测试方法和技术依据。

## 2.2 编制原则

1）依据国家标准 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20000.1-2014《标准化工作指南 第 1 部分：标准化和相关活动的通用术语》、GB/T 20000.3-2014《标准化工作指南 第 3 部分：引用文件》的规定，依照《国家标准管理办法》、《行业标准管理办法》及《林业标准化管理办法》，规范标准的语言及格式。

2）本标准在注重标准文本的科学性和规范性的同时，还考虑到与相关标准的协同性。

3）本标准中有关技术指标的确定，主要借鉴了国家标准 GB/T 2677.4-1993、GB/T 2677.6-1994、GB/T 2677.2-2011、GB/T 2677.8-1994、GB/T 742-2008、GB/T 2677.10-1995、GB/T 744-1989、GB/T 35818-2018 等。

4）本标准充分考虑了竹材本身化学成分特性的情况，在确定其化学成分测定方法上尽量做到切合实际。

## 2.3 主要内容

### 2.3.1 本标准包括了 10 部分内容

本标准的第 1、2 和 3 部分分别规定了“范围”、“规范性引用文件”、和“术语和定义”等，详见具体条款。

### 2.3.2 本标准的第 4 部分规定了“竹材粉末样品的制备”

根据竹材自身的特性，本部分提出了用于竹材化学成分测定的粉末样品制备的方法。其中标准规定了：

1）试样采集信息。

2）竹材试样取样加工的方法。

3）粉末试样制备的方法。

### 2.3.3 本标准的第 5 部分规定了“粉末样品中抽提物的去除”

抽提物的存在会直接影响竹材主要化学成分的含量，因此，在进行化学成分测试之前，要先对抽提物进行去除处理。本部分针对竹材的特性，分别参照 GB/T 2677.4-1993 和 GB/T 2677.6-1994 标准中热水抽提物含量和有机溶剂抽出含量测定方法，对粉末样品先进行热水抽提处理，然后再此基础上进行了有机溶剂抽提处理。其中标准给出了粉末样品中抽提物的去除所需试剂和仪器以及具体的操作步骤。

### 2.3.4 本标准的第 6 部分规定了“灰分的测定”

本部分参照GB/T 742-2008标准给出了竹材中灰分测定所需试剂、仪器和具体操作步骤。

### 2.3.5 本标准的第 7 部分规定了“木质素含量的测定”

木质素包括酸不溶木质素和酸溶木质素，结合国内行业实际测试条件，且酸溶木质素含量极低的情况，本标准只给出了竹材中酸不溶木质素的测定方法。

本部分参照GB/T 2677.8-1994标准给出了竹材中酸不溶木质素测定所需试剂、仪器和具体操作步骤。

### 2.3.6 本标准的第 8 部分规定了“综纤维素含量的测定”

本部分参照GB/T 2677.10-1995标准给出了竹材中综纤维素（纤维素和半纤维素测定所需试剂、仪器和具体操作步骤。

### 2.3.7 本标准的第9部分规定了“纤维素含量的测定”

本部分参照GB/T 744-1989标准给出了竹材α-纤维素测定所需试剂、仪器和具体操作步骤。

**2.3.8 本标准的第10部分规定了“试验报告”**

本部分对试验报告的相关内容做出了的规定。

# 3 主要试验方法来源及验证分析

## 3.1 试验方法来源

本标准在编写过程中，除标准中引用的标准和大量的征求意见外，还参考了以下标准：

[1]GB/T 2677.8-1994 造纸原料综纤维素含量的测定

[2]GB/T 742-2008 造纸原料、纸浆、纸和纸板灰分的测定

[3]GB/T 35818-2018 林业生物质原料分析方法 多糖及木质素含量的测定

[4]GB/T 35814-2018 林业生物质原料分析方法 样品处理方法

[5]GB/T 35816-2018 林业生物质原料分析方法 抽提物含量的测定

[6]GB/T 36057-2018 林业生物质原料分析方法 灰分的测定

[7]FZ-T 30001-92 苎麻主要化学成分系统定量分析方法

## 3.2 验证试验分析

### 3.2.1样品制备方法

#### 3.2.1.1试样采集

选取具有代表性的毛竹和其他小竹种（香糯竹、缅龙竹和小琴丝竹）为研究对象，竹材采集信息见表1所示。

图1 竹材

表 1 竹材采集信息表

| 竹种 | 地点 | 竹龄/y | 竹高/m 均值 | 第一枝下高/m | 胸径/cm | 胸径处壁/mm | 竹节数/个 | 最长节间长/cm |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 毛竹 | 安徽金寨县青山镇 | 3 | 15.17 | 6.02 | 10.59 | 10.56 | 58 | 36.6 |
| | | 4 | 14.3 | 6.05 | 9.59 | 9.88 | 57 | 34.6 |
| 香糯竹 | 云南瑞丽珍稀植物园 | 3 | 14.04 | 1.46 | 6.32 | 8.50 | 33 | 43.40 |
| | | 4 | 8.52 | 1.94 | 4.36 | 4.36 | 19 | 70.00 |
| 缅龙竹 | 云南瑞丽南卯湖公园 | 3-4 | 9.30 | 1.32 | 4.74 | 14.00 | 35 | 33.20 |
| 小琴丝竹 | 云南瑞丽南卯湖公园 | 3-4 | 4.72 | 1.56 | 2.18 | 3.50 | 15 | 49.80 |

**3.2.1.2制备方法对样品形态影响**

选取采集竹材离地高度为1.5m-3.5m间竹筒，将竹筒劈成小竹条，放入粉碎机粉碎，分别粉碎不同时间后取出，用不同目数筛网进行人工筛分（图2），并称取其质量。

竹条粉碎

筛分

不同目数竹粉

图2 竹材粉末样品

表2 毛竹粉末样品形态

| 粉碎时间（s） | 竹粉得率（%） | <20 目粉末占比（%） | 20-40 目占比（%） | 40-60 目占比（%） | 60-80 目占比（%） | >80 目占比（%） |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 150 | 99.49 | 17.91 | 18.14 | 16.74 | 15.89 | 27.85 |
| 180 | 98.63 | 10.96 | 24.79 | 14.87 | 12.90 | 29.99 |
| 210 | 99.49 | 12.43 | 20.46 | 16.78 | 17.67 | 28.39 |
| 150 | 99.18 | 25.28 | 25.29 | 12.67 | 11.66 | 21.11 |
| 180 | 98.60 | 21.42 | 23.53 | 13.51 | 12.19 | 25.16 |
| 210 | 99.10 | 12.54 | 21.66 | 14.21 | 13.66 | 33.77 |
| 150 | 98.61 | 16.29 | 24.91 | 13.87 | 13.12 | 27.82 |
| 180 | 98.69 | 10.67 | 19.29 | 15.86 | 14.44 | 33.04 |
| 210 | 99.28 | 3.14 | 17.75 | 14.79 | 15.41 | 43.07 |

表3 竹材粉末样品形态

| 竹种 | 粉碎时间（s） | 竹粉得率（%） | <40 目粉末占比（%） | 40-60 目占比（%） | 60-80 目占比（%） | 80-100 目占比（%） | 100-120 目占比（%） | 120-140 目占比（%） | >140 目占比（%） |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 毛竹 | 300 | 95.83 | 10.03 | 9.84 | 12.47 | 12.30 | 13.26 | 1.28 | 28.35 |
| | 300 | 97.08 | 11.11 | 10.99 | 12.40 | 15.86 | 9.81 | 2.81 | 27.24 |
| | 450 | 96.51 | 1.66 | 5.53 | 9.87 | 12.01 | 9.24 | 4.85 | 48.16 |
| | 450 | 96.32 | 2.80 | 10.84 | 11.05 | 12.81 | 7.84 | 2.74 | 42.51 |
| | 600 | 96.19 | 0.80 | 5.89 | 7.18 | 10.13 | 8.29 | 3.42 | 50.74 |
| | 600 | 96.25 | 0.60 | 4.50 | 7.71 | 10.98 | 9.85 | 3.04 | 53.12 |
| 香糯竹 | 300 | 98.26 | 14.25 | 14.02 | 12.46 | 14.80 | 11.15 | 3.46 | 22.77 |
| 缅龙竹 | 450 | 97.60 | 6.40 | 9.75 | 12.14 | 12.42 | 8.66 | 5.57 | 36.16 |
| 小琴丝竹 | 600 | 97.18 | 2.71 | 9.88 | 16.36 | 11.44 | 9.23 | 3.88 | 43.09 |

不同粉碎时间获取的竹粉样品形态结果见表2和表3。由表2和表3结果可知，选用一定质量竹材进行粉碎600s时，毛竹粉末样品中，<60目的竹粉占比10%以下，>60目的竹粉占比90%以上；其他小竹种粉末样品中，<60目的竹粉占比20%-40%，>60目粉末占比60%-80%。

结合前期实验结果再次采集3-4年生竹龄的毛竹试材，截取第15到第20竹节的部位带回实验室，气干后将竹筒劈成竹块，然后劈成小竹条，利用切纸刀切成小薄竹片（约1cm长、1.5mm厚、竹壁宽），充分混合后，按四分法采集均匀薄竹片样品，放入粉碎机中进行粉碎，粉碎时间选取240s和480s两个粉碎时间进行粉碎，粉碎结束后取出备用。同时按照GB/T 2677.1-1993标准中规定的方法制备40-60目粉末试样。

图3 粉末样品制备

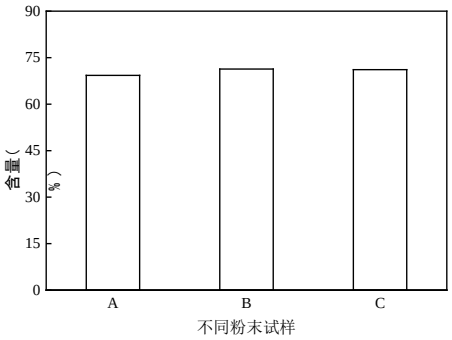
A　　B　　C

图4 粉末样品（A 40-60目，B 试样粉碎240s，C 试样粉碎480s）

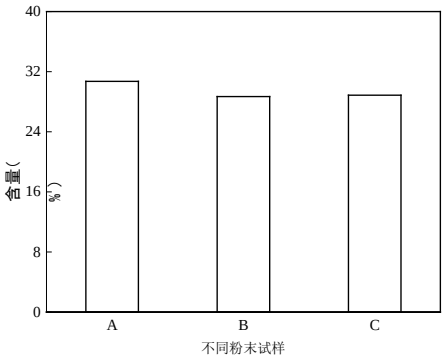
### 3.2.2 试样制备方法对比分析

以往的测试标准中均要求将粉末试样进行筛分，取40-60目粉末样品，导致试样制备过程繁琐，且筛分过程中产生严重的粉尘问题。因此，本部分系统研究筛分取样对竹材化学成分的影响。

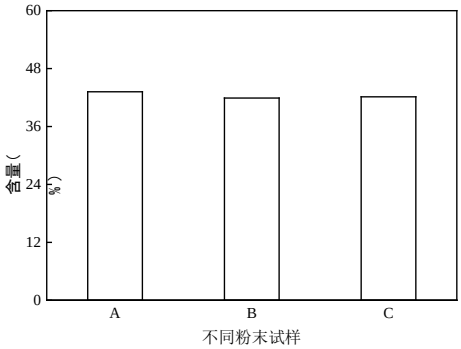
如图5所示，不经过筛网筛分制备的粉末样品，其主要化学成分（综纤维素、木质素、α-纤维素、半纤维素（综纤维素-α-纤维素））含量与筛分获取的40-60目粉末样品的含量相差不大。



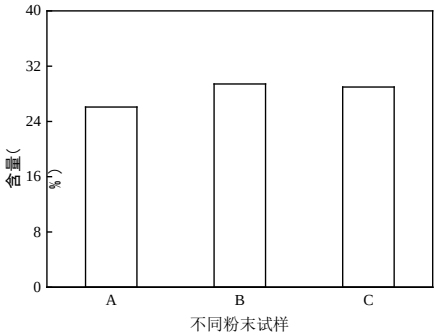

（a）综纤维素含量




（b）木质素含量




（c）α-纤维素含量



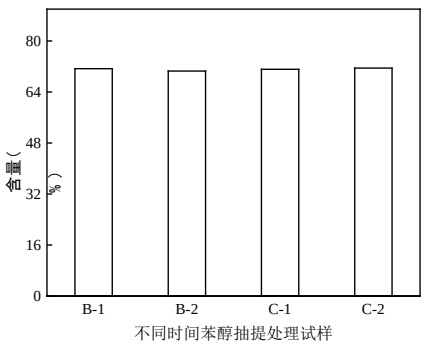

（d）半纤维素含量

图5 不同试样制备对化学成分含量的影响

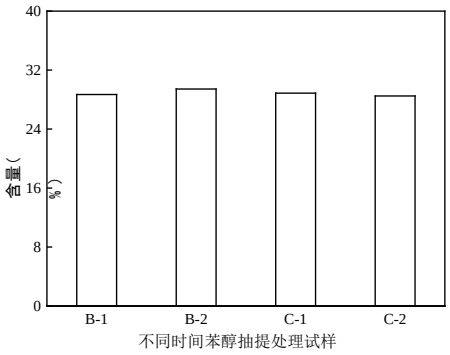
### 3.2.3 抽提处理方法对比分析

#### 3.2.3.1苯醇抽提时间对竹材化学成分含量的影响

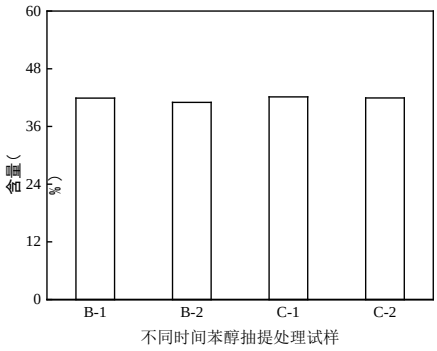
分别对制备的粉末样品（B、C）按照GB/T 2677.6-1994标准进行苯醇抽提，其中B1、C1抽提6h，B2、C2抽提7.5h，然后对各抽提后样品的化学成分进行测定，与40-60目粉末样品苯醇抽提6h后测定的化学成分进行对比分析，结果如图6所示。由图5可知，苯醇抽提处理时间对样品的化学成分含量影响不大，鉴于此，对竹材有机溶剂抽提处理可参照GB/T 2677.6-1994进行，加热抽提时间以抽提时溶液无色即可，一般抽提时间不少于6h，且要保证有机溶剂沸腾速度每小时抽提循环不少于4次。



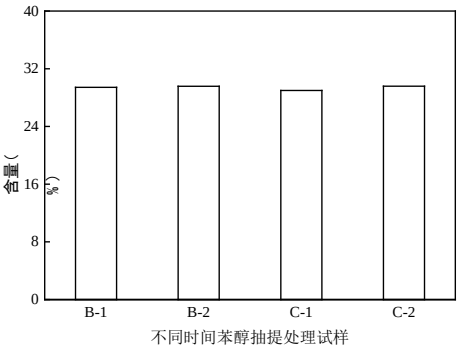

（a）综纤维素含量




（b）木质素含量




（c）α-纤维素含量



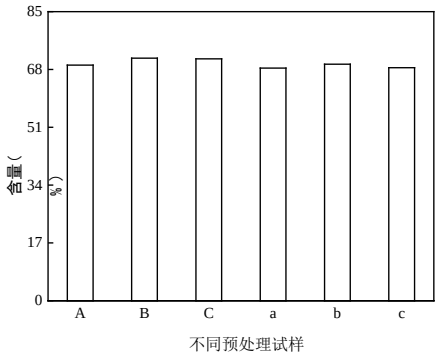

（d）半纤维素含量

图6 苯醇抽提处理时间对竹材化学成分含量的影响

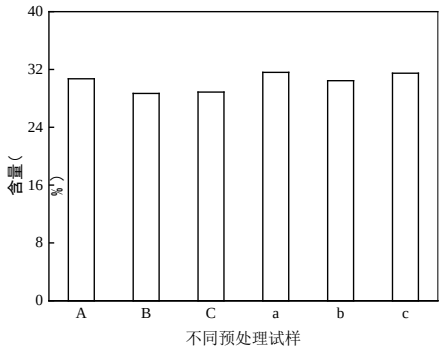
#### 3.2.3.2 热水抽提和苯醇抽提联合处理对竹材化学成分含量的影响

现有化学成分测定的标准，在进行化学成分测定前仅要求进行有机溶剂抽提处理，然而，竹材中淀粉含量较多，仅仅进行有机溶剂抽提处理是不能将其淀粉去除，这就对其主要化学成分的含量测定造成一定的影响。因此，本部分尝试

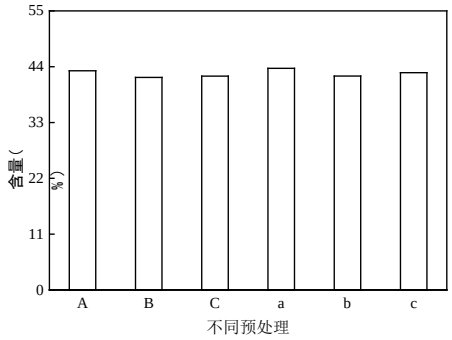
先对竹材粉末试样进行热水抽提处理，然后再进行有机溶剂抽提处理，再在此基础上对抽提处理后的样品的化学成分进行测定，并与只进行有机溶剂抽提处理后样品的化学成分含量进行对比分析，结果如图7所示。由图7可知，采用热水抽提+苯醇抽提处理后样品的综纤维素含量显著低于仅采用苯醇抽提处理后样品的含量，两种不同预处理获得的α-纤维素和木质素含量变化不大，这表明先进行热水抽提处理，然后再进行有机溶剂抽提处理有效的去除了竹材中的淀粉（图7d）。



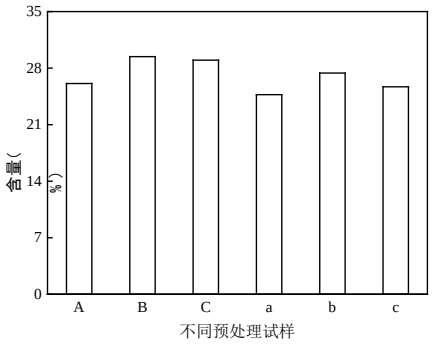

（a）综纤维素含量




（b）木质素含量




（c）α-纤维素含量




（d）半纤维素含量

图7 热水抽提+苯醇抽提联合处理对竹材化学成分含量的影响（A、B、C-有机溶剂抽提处理；a、b、c-热水抽提处理+有机溶剂抽提处理）

## 3.3 总结

（1）对均一的竹薄片进行粉碎，粉碎适当时间后，粉末颗粒介于30-150目之间即可进行化学成分的测定。

（2）针对竹材本身特性，竹材中抽提物的测定采用热水抽提+苯醇抽提处理的方法，抽提后的样品再进行综纤维素、α-纤维素和木质素的测定，这有助于减少淀粉含量对化学成分含量的影响，使得测试结果更接近于竹材化学成分含量的

真实值。

## 4 采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比

本标准的制定主要借鉴了国家标准GB/T 2677.4-1993、GB/T 2677.6-1994、GB/T 2677.2-2011和GB/T 2677.8-1994。

本标准充分考虑了竹材化学成分本身的特点，采取制备的粉末试样不进行筛分处理，参考GB/T 2677.4-1993和GB/T 2677.6-1994标准中热水抽提物含量和有机溶剂抽出含量测定方法，对粉末样品先进行热水抽提处理，然后再此基础上进行了有机溶剂抽提处理，为其他禾本科类植物提供参考。

## 5 与有关现行法律、法规和强制性国家标准、行业标准的关系

本标准编制与国家现行法律、法规以及其他标准不存在任何冲突，主要体现在：一方面涉及其他法律法规和标准中含有本标准中的有关内容，本标准未超出或参照执行；另一方面针对行业涉及具体情况但又须规范的试验方法，而其他法律法规或标准中未涉及到，则按本标准执行。

## 6 强制性标准或推荐性标准的建议

建议为推荐性林业行业标准。

## 7 贯彻标准的要求、措施与建议，包括组织措施、技术措施、过渡方法等内容

本标准实施后，标准起草小组将继续组织推动标准的宣贯工作，并组织标准实施后推广应用和跟踪调研工作，记录和收集本标准推广应用的各方面的技术资料，为后续的完善工作积累连续的、科学的技术研究资料。

## 8 废止现行有关标准的建议

无。

## 9 其他应予说明的事项

目前国内还没有“竹材化学成分测试方法”的相关标准，本标准为首次制定。

## 10　标准征求意见情况

现进行标准征求意见阶段。

《竹材化学成分测试方法》林业行业标准起草小组

2020 年 7 月