

纤维分析仪测定烟草中的洗涤纤维含量

一、前言

烟草是茄科烟草属下的一个种，是生产香烟的主要烟草作物，在全世界都有商业种植。烟草含有尼古丁，以及丰富的纤维素、半纤维素，还有少量的木质素，它们的含量受到土壤类型和天气条件的影响。烟叶中的纤维含量是烟草行业重点关注的指标，它们反映了烟草的品种、质量，并影响烟气的口感、香烟的燃烧速率等。本方案依照国标《NY/T 1459 饲料中酸性洗涤纤维（ADF）的测定》、《GB/T 20805 饲料中酸性洗涤木质素（ADL）的测定》、《GB/T 20806 饲料中中性洗涤纤维（NDF）的测定》、《YC/T 347 烟草及烟草制品 中性洗涤纤维、酸性洗涤纤维、酸洗木质素的测定 洗涤剂法》，使用纤维测定仪测定烟草中的洗涤纤维的含量，并得到半纤维素、纤维素和木质素的含量。

二、仪器

F2000 全自动纤维分析仪，马弗炉，分析天平等

三、实验过程

滤袋法——NDF 含量测定

- 1、称样：精确称取样品约 1g（精确至 0.1mg），放入已干燥并称量过的滤袋中，封口后再次称重。
- 2、脱脂：将称好样品的滤袋置于 500mL 烧杯中，加入石油醚，加入的量以漫过滤袋为准，浸泡 5min，浸泡结束用手轻轻挤压滤袋，重复 3 次，并在铁丝网上晾干备用。
- 3、消煮及洗涤：将滤袋置于样品架中，将样品架置于机器样品消煮罐内，仪器自动进行消煮并洗涤。
- 4、脱脂：消煮结束。将滤袋取出沥干水分后置于 500mL 烧杯中，加入丙酮，加入的量以漫过滤袋为准，浸泡 5min，浸泡结束用手轻轻挤压滤袋，重复 3 次，并在铁丝网上晾干。
- 5、干燥：将滤袋取出放入鼓风干燥箱内，以 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘干至恒重（一般为 4 小时），并称重。
- 6、灰化：准备好瓷坩埚并称重，放入称重后的盛有残渣的滤袋，并记录坩埚与滤袋总重，于 550°C 下灰化 3h，待坩埚冷却后称重。
- 7、计算结果，样品的中性洗涤纤维含量计算如下：

$$w_1 = \frac{(m_7 - m_5) - (m_{b5} - m_{b4})}{m_6} \times 100\%$$

m_7 : 滤袋和试样滤渣干燥后的质量，g；

m_5 : 干燥后滤袋质量，g；

m_{b5} : 空白实验滤袋经消煮干燥后的质量，g；

m_{b4} : 空白实验滤袋干燥后的质量，g；

m_6 : 样品称样量，g；

滤袋法——ADF、ADL 含量测定

- 1、称样：精确称取样品约 1g（精确至 0.1mg），放入已干燥并称量过的滤袋中，封口后再次称重。
- 2、脱脂：将称好样品的滤袋置于 500mL 烧杯中，加入石油醚，加入的量以漫过滤袋为准，浸泡 5min，浸泡结束用手轻轻挤压滤袋，重复 3 次，并在铁丝网上晾干备用。
- 3、消煮及洗涤：将滤袋置于样品架中，将样品架置于机器样品消煮罐内，仪器自动进行消煮并洗涤。
- 4、脱脂：消煮结束。将滤袋取出沥干水分后置于 500mL 烧杯中，加入丙酮，加入的量以漫过滤袋为准，浸泡 5min，浸泡结束用手轻轻挤压滤袋，重复 3 次，并在铁丝网上晾干。
- 5、干燥：将滤袋取出放入鼓风干燥箱内，以 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘干至恒重（一般为 4 小时），并称重。
- 6、计算结果，样品的酸性洗涤纤维含量计算如下：

$$w_2 = \frac{(m_7 - m_5) - (m_{b5} - m_{b4})}{m_6} \times 100\%$$

m_7 ：滤袋和试样滤渣干燥后的质量，g；

m_5 ：干燥后滤袋质量，g；

m_{b5} ：空白实验滤袋经消煮干燥后的质量，g；

m_{b4} ：空白实验滤袋干燥后的质量，g；

m_6 ：样品称样量，g；

7、浓酸消化：将经酸性洗涤剂消煮的滤袋放入 500mL 烧杯中，加入 72% 的浓硫酸至漫过滤袋，用玻璃棒每 10 分钟轻轻搅拌、挤压一次，浸泡 2 个小时。

8、洗涤：浸泡结束后，用大量的热水冲洗、轻轻挤压滤袋至中性。

9、干燥：将滤袋取出放入鼓风干燥箱内，以 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘干至恒重（一般为 4 小时），并称重。

10、灰化：将滤袋放入以称取质量的坩埚中，放入马弗炉在 600°C 下灼烧 3 个小时。待冷却后，称取坩埚与灰分的总重，通过差值得出样品灰分的质量。

11、计算结果，样品酸性洗涤木质素的含量计算如下：

$$w_3 = \frac{(m_8 - m_5 - m_9) - (m_{b8} - m_{b4} - m_{b9})}{m_6} \times 100\%$$

m_8 ：滤袋和试样滤渣经浓酸消化、干燥后的质量，g；

m_5 ：干燥后滤袋质量，g；

m_9 ：滤袋和试样灰化后的灰分质量，g；

m_{b4} ：空白实验滤袋干燥后的质量，g；

m_{b8} ：空白实验滤袋经消煮干燥后的质量，g；

m_{b9} ：空白实验滤袋灰化后的灰分质量，g；

m_6 ：样品称样量，g；

四、结果、讨论与注意事项

4.1、实验结果

实验选取的烟草样品经测试后，得到实验结果如下表所示，其中性洗涤纤维（NDF）、酸性洗涤纤维（ADF）、酸性洗涤木质素（ADL）的含量如下表：

样品	称样量/g	NDF/%	ADF/%	ADL/%	半纤维素/%	纤维素/%	木质素/%
样品 1	1.0103	35.385	24.218	15.090	11.167	9.159	15.090
	1.0097						
样品 2	1.0049	38.497	24.134	15.113	14.363	9.054	15.113
	1.0066						
样品 3	1.0074	38.290	24.248	15.475	14.042	8.805	15.475
	1.0032						
样品 4	1.0092	37.895	20.410	11.541	17.485	8.898	11.541
	1.0009						
样品 5	1.0019	33.891	19.967	11.506	13.924	8.487	11.506
	1.0027						
样品 6	1.0070	37.400	19.487	11.027	17.913	8.489	11.027
	1.0010						

其中，纤维素=NDF-ADF，半纤维素=ADF-ADL（不扣除灰分），木质素=ADL（扣除灰分）。

4.2、注意事项

烟草应充分粉碎、均质化；装入滤袋时，注意不要挂壁，可轻轻磕碰滤袋底部，使烟草滑落至滤袋底部。

参考文献

- [1] NY/T 1459 饲料中酸性洗涤纤维（ADF）的测定[s]
- [2] GB/T 20805 饲料中酸性洗涤木质素（ADL）的测定[s]
- [3] GB/T 20806 饲料中中性洗涤纤维（NDF）的测定[s]
- [4] YC/T 347 烟草及烟草制品 中性洗涤纤维、酸性洗涤纤维、酸洗木质素的测定 洗涤剂法[s]