

## 造纸法再造烟叶提取率测定方法研究

薛冬, 袁益来, 袁广翔, 蔡文高, 张合川 (江苏中烟工业有限责任公司再造烟叶研究所, 江苏淮安 223002)

**摘要** [目的]探讨造纸法再造烟叶提取率的检测方法,以寻求适合实验室研究和生产线在线检测的操作方法。[方法]对比研究残渣称重法、极限提取法和提取液固含量算法3种造纸法再造烟叶提取率的测定方法,在实验室条件下以及实际生产过程中的应用。[结果]提取液固含量算法测定的提取率与残渣称重法和极限提取法测定的提取率之间差异不显著。残渣称重法不适用于生产线在线检测,极限提取法和提取液固含量算法都适用于生产线在线检测,极限称重法检测过程较繁琐,提取液固含量算法操作简单快捷。[结论]将提取液固含量算法应用于造纸法再造烟叶实验室研究以及生产线在线检测中提取率的测定是可行的。

**关键词** 造纸法再造烟叶;烟梗;烟末;碎片;提取率

中图分类号 S572 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2016)32-0102-04

## Determination Methods for Extraction Rate in Reconstituted Tobacco Made by Papermaking Process

XUE Dong, YUAN Yi-lai, YUAN Guang-xiang et al (Reconstituted Tobacco Research Institute of China Tobacco Jiangsu Industrial Co. Ltd., Huaian, Jiangsu 223002)

**Abstract** [Objective] To discuss the determination methods for extraction rate in reconstituted tobacco made by papermaking process, and to find suitable determination methods for laboratory research and online inspection. [Method] Three determination methods for extraction rate such as classic method of residue weighting, limit extraction method and algorithm for solid content of extracts were chosen, their application in laboratory and productive process was studied contrastively. [Result] The difference among the results of the three methods was small. Classic method of residue weighting was not suitable to be applied in online inspection. The other two methods were applicable to be used in online inspection. However, limit extraction method had accurate results but complicated inspection process, algorithm for solid content of extracts had less accurate results compared to limit extraction method but simple and effective inspection process. [Conclusion] It is practicable to apply algorithm for solid content of extracts in laboratory research and online inspection for extraction rate determination of reconstituted tobacco by papermaking process.

**Key words** Reconstituted tobacco by papermaking process; Tobacco stem; Tobacco scrap; Tobacco dust; Extraction rate

提取又称萃取、浸取、浸提,是造纸法再造烟叶生产工艺中的关键环节,它决定了烟草原料中的不溶固形物和可溶物是否能够充分分离,对后续工艺会产生一系列的影响<sup>[1-3]</sup>。提取率高则得到的涂布液充足,有利于生产过程以及产品品质的调控;提取率高同时也提高了浆料的洁净程度,有利于基片的抄造以及基片物理性能的改善。造纸法再造烟叶的提取率测定普遍采用的经典计算方法,即残渣称重法 $[1-3]$ ,该方法需要将原料按批次进行处理,因此仅适用于实验室操作。造纸法再造烟叶生产线为连续生产,通常还采用了逆流提取的形式,上述经典计算方法并不适用,因此,寻找一种适用于生产线在线检测的提取率测定方法具有重大的意义。

施建在<sup>[4]</sup>、黄申元<sup>[5]</sup>设计了再造烟叶提取率检测的极限提取法,并对残渣称重法与极限提取法在实验室的应用效果进行了对比,但是对于实际生产中提取率检测方法的应用少有相关报道。

笔者根据造纸法再造烟叶提取工艺的特点,设计了一种全新的提取率测定方法——提取液固含量算法。该方法操作简单快捷,检测结果重现性好,适用于造纸法再造烟叶实验室研究以及生产线在线检测中提取率的测定。

## 1 材料与方 法

**1.1 材料** 烟梗、烟末、碎片,均为江苏鑫源烟草薄片有限公司提供。ML204 电子天平(感量:0.000 1 d),瑞士梅特勒

-托利多公司;HWS-24 水浴锅,上海慧泰仪器制造有限公司;FD115 烘箱,德国 Binder 公司。

## 1.2 方 法

**1.2.1 提取。**用 500 mL 烧杯称取 50 g 原料(绝干),添加 400 g 清水,在温度 60 °C 条件下提取 60 min。提取完成后进行固液分离。

**1.2.2 提取率计算。**

**1.2.2.1 残渣称重法。**提取完成固液分离之后,收集残渣,称重,同时用烘箱法检测残渣固含量,经过计算得到提取率。计算公式如下:

$$E = \left[ 1 - \frac{m' \times d'}{m \times d} \right] \times 100\% \quad (1)$$

式中, $E$  为提取率(%); $m$  为原料质量(g); $m'$  为提取后残渣质量(g); $d$  为原料固含量(%); $d'$  为提取后残渣固含量(%)。

**1.2.2.2 极限提取法。**提取完成固液分离之后,收集残渣,用烘箱法检测残渣固含量,另取一部分残渣测其极限提取率。具体方法如下<sup>[6]</sup>:精确称取 10 g 提取后残渣,移入容量为 300 mL 的锥形瓶中,加入 200 mL 95~100 °C 蒸馏水,装上回流冷凝管,置于沸水浴中加热 3 h,并经常摇荡,经已恒重的 1G2 玻璃过滤器过滤,用蒸馏水洗涤残渣及锥形瓶,并将锥形瓶内残渣全部吸入过滤器中。继续洗涤至滤液无色后再多洗 2~3 次,吸干滤液,用蒸馏水洗涤滤器外部,移入烘箱,于(105±2)°C 烘干至质量恒定。极限提取率按下式计算:

$$X_1 = \left[ 1 - \frac{m_2 \times d_{m_2}}{m_1 \times d_{m_1}} \right] \times 100\% \quad (2)$$

**基金项目** 江苏中烟工业有限责任公司科技项目。

**作者简介** 薛冬(1976-),男,江苏盐城人,工程师,硕士,从事造纸法再造烟叶研究。

**收稿日期** 2016-09-21

式中,  $X_1$  为残渣极限提取率(%);  $m_1$  为极限提取前残渣的质量(g);  $d_{m_1}$  为极限提取前残渣固含量(%);  $m_2$  为极限提取后残渣的质量(g);  $d_{m_2}$  为极限提取后残渣固含量(%)。

用同样的方法测定第 1 次提取前的原料的极限提取率为  $X$ 。根据提取后残渣剩余可提取物质的量可以推算出第 1 次提取的提取率, 推算结果如下:

$$\begin{aligned} \text{极限提取后残渣占原料比例} &= (1 - X) \times 100\% \\ &= (1 - E) \times (1 - X_1) \\ &\quad \times 100\% \end{aligned} \quad (3)$$

经过整理可得:

$$E = \left[ 1 - \frac{1 - X}{1 - X_1} \right] \times 100\% \quad (4)$$

**1.2.2.3 提取液固含量计算法。**提取完成固液分离之后, 收集残渣, 用烘箱法分别检测残渣和提取液的固含量, 即可计算出原料提取率, 计算过程如下:

$$\begin{aligned} \text{提取液中总固形物含量} &= m' \times d' + L \times c \\ &= m \times d \end{aligned} \quad (5)$$

$$\text{提取液中总溶剂含量} = m' \times (1 - d') + L \times (1 - c)$$

$$= N \times m \times d \quad (6)$$

式中,  $c$  为提取液固含量(%);  $L$  为提取液总量(g);  $N$  为提取时溶剂与溶质之比, 该试验为 9。式(5)和(6)中,  $m'$ 、 $L$  作为未知量, 其他参数作为已知量, 经过整理计算得到:

$$m' = \frac{m \times d \times (1 - c - N \times c)}{d' - c} \quad (7)$$

把式(7)代入(1):

$$\begin{aligned} E &= \left[ 1 - \frac{m' \times d'}{m \times d} \right] \times 100\% \\ &= \frac{c \times (Nd' + d' - 1)}{d' - c} \times 100\% \end{aligned} \quad (8)$$

## 2 结果与分析

**2.1 实验室提取率的测定** 取烟梗、碎片、烟末原料样品各 2 份, 分别用残渣称重法、极限提取法和提取液固含量计算法测定提取率。

**2.1.1 残渣称重法。**按照“1.2.2.1”的方法检测相应的数据, 并通过式(1)计算得到原料提取率, 使用残渣称重法检测原料提取率的相关试验数据和测定结果如表 1 所示。

表 1 残渣称重法检测原料提取率的结果

Table 1 Extraction rate of reconstituted tobacco material with method of residue weighting

原料 Raw material	原料质量 Weight of raw material//g	原料固含量 Solid content of raw material//%	残渣质量 Residue weight//g	残渣固含量 Solid content of residue//%	提取率 Extraction rate//%
烟梗 1 Tobacco stem 1	57.90	86.35	129.02	23.95	38.20
烟梗 2 Tobacco stem 2	58.00	86.20	128.94	24.41	37.05
碎片 1 Tobacco scrap 1	57.35	87.19	102.65	28.53	41.43
碎片 2 Tobacco scrap 2	54.30	92.08	116.33	25.91	39.72
烟末 1 Tobacco dust 1	55.33	90.37	128.51	24.82	36.21
烟末 2 Tobacco dust 2	56.67	88.23	111.14	26.74	40.56

**2.1.2 极限提取法。**按照“1.2.2.2”的方法检测相应的数据, 并通过式(4)计算得到原料提取率, 使用极限提取法检测

原料提取率的相关试验数据和测定结果如表 2 所示。

表 2 极限提取法检测原料提取率的结果

Table 2 Extraction rate of reconstituted tobacco material with method of limit extraction method

原料 Raw material	极限提取法 Limit extraction method		公式计算提取率 Extraction rate of equation calculation//%
	残渣提取率 Extraction rate of residue//%	原料提取率 Extraction rate of raw material//%	
烟梗 1 Tobacco stem 1	23.53	52.28	37.60
烟梗 2 Tobacco stem 2	24.67	52.67	37.17
碎片 1 Tobacco scrap 1	22.21	55.52	42.82
碎片 2 Tobacco scrap 2	27.71	56.31	39.56
烟末 1 Tobacco dust 1	27.45	53.50	35.91
烟末 2 Tobacco dust 2	17.49	51.83	41.62

**2.1.3 提取液固含量计算法。**按照“1.2.2.3”的方法检测相应的数据, 并通过式(8)计算得到原料提取率, 使用提取液固含量计算法检测原料提取率的相关试验数据和测定结果如表 3 所示。

**2.1.4 3 种方法检测结果比较。**将 3 种检测方法得到的数据进行汇总比较, 结果如表 4 所示。

将极限提取法和提取液固含量计算法分别与残渣称重法进行配对  $t$  检验, 结果表明(表 5), 数据误差都在可接受范围之内, 因此极限提取法和提取液固含量计算法测定的提取率与经典提取法测定的提取率之间差异不显著。极限提取法和提取液固含量计算法对于提取过程中提取率的测定是可行的。

表3 提取液固含量计算法检测原料提取率的结果

Table 3 Extraction rate of reconstituted tobacco material with method of algorithm for solid content of extracts

原料 Raw material	原料固含量 Solid content of raw materials//%	残渣固含量 Solid content of residue//%	溶剂溶质比 Solvent - solute ratio	提取液固含量 Solid content of extracting solution//%	提取率 Extraction rate//%
烟梗 1 Tobacco stem 1	86.35	23.95	8.158	5.75	37.70
烟梗 2 Tobacco stem 2	86.20	24.41	8.160	5.33	37.05
碎片 1 Tobacco scrap 1	87.19	28.53	8.147	5.08	40.23
碎片 2 Tobacco scrap 2	92.08	25.91	8.086	5.28	38.16
烟末 1 Tobacco dust 1	90.37	24.82	8.107	5.21	35.97
烟末 2 Tobacco dust 2	88.23	26.74	8.133	5.34	40.43

表4 3种方法检测数据的比较

Table 4 The comparison of detection data by three methods

原料 Raw material	残渣称重法提取率 Extraction rate of residue weighting method	极限提取法 Limit extraction method		提取液固含量计算法 Algorithm for solid content of extracts	
		提取率 Extraction rate	与残渣称重法绝对差值 Absolute difference with residue weighting method	提取率 Extraction rate	与残渣称重法绝对差值 Absolute difference with residue weighting method
烟梗 1 Tobacco stem 1	38.20	37.60	-0.60	37.70	-0.50
烟梗 2 Tobacco stem 2	37.05	37.17	0.12	37.05	0
碎片 1 Tobacco scrap 1	41.43	42.82	1.39	40.23	-1.20
碎片 2 Tobacco scrap 2	39.72	39.56	-0.16	38.16	-1.56
烟末 1 Tobacco dust 1	36.21	35.91	-0.30	35.97	-0.24
烟末 2 Tobacco dust 2	40.56	41.62	1.06	40.43	-0.13

表5 极限提取法和提取液固含量计算法检测数据对于残渣称重法结果的t检验

Table 5 The t test of limit extraction method and algorithm for solid content of extracts comparing to the method of residue weighting

检验方法 Detection method	均值 Mean	标准误 Standard error	95%置信区间 95% confidence interval	t	P
极限提取法 Limit extraction method	0.252	0.072	0.543 ~ 0.944	0.182	0.430
提取液固含量计算法 Algorithm for solid content of extracts	0.605	0.171	0.633 ~ 1.581	0.548	0.298

**2.2 提取率检测方法在生产中的应用** 为了验证不同提取率测定方法在生产线上检测中的应用效果,分别对造纸法再造烟叶生产线的烟梗提取线和烟末提取线进行取样检测,通过不同计算方法分别得出了不同时段的生产线提取率的2组提取率,结果如表6所示。

表6 3种方法生产线检测数据的比较

Table 6 The comparison of results in productive process with different methods

原料 Raw material	提取率 Extraction rate		
	残渣称重法 Residue weighting method	极限提取法 Limit extraction method	提取液固 含量计算法 Algorithm for solid content of extracts
烟梗线 1 Tobacco stem line 1	39.1	38.6	37.6
烟梗线 2 Tobacco stem line 2	35.7	37.2	36.4
烟末线 1 Tobacco dust line 1	42.6	44.5	43.6
烟末线 2 Tobacco dust line 2	47.3	45.2	44.7

线为连续生产的情况下无法实现,因此只能根据提取段单位时间的进料量和出料量数据进行估算。计算方法如下:

$$E = \left[ 1 - \frac{M' \times D'}{M \times D} \right] \times 100\% \quad (9)$$

式中, $M$ 为提取段1h进料总量(t); $M'$ 为提取段1h得到的浆料总量(t); $D$ 为原料固含量(%); $D'$ 为浆料固含量(%)。

由于生产中提取段单位时间进出料量等数据波动性大,加之同一时间得到的进料量和出料量数据并不限于同一批原料,因此残渣称重法得到的提取率数据波动也较大。相较于残渣称重法,极限提取法和提取液固含量计算法的检测结果稳定性好,并且这2种方法对同一时段提取率的检测结果也比较接近(表7)。

极限提取法需要在提取段固液分离处(即挤干机)取适量的料渣,经过实验室处理,检测得到料渣的极限提取率 $X_1$ ;同时还需对原料进行极限提取试验,得到原料的极限提取率 $X$ 。检测结果相对准确,能反映实时提取率的情况。但实验室测定极限提取率较为繁琐,耗时长,影响了在线监测的效率。

残渣称重法需要对同一批原料进行称重、检测,在生产

提取液固含量计算法仅需取适量料渣和提取液进行固

含量检测,即可通过检测数据计算得出生产线实时的提取率,方便快捷。但由于生产线通常采用多级逆流的提取工艺,随着提取过程中对提取液回流量的控制,提取液固含量会产生一定程度的波动,可能会对提取液固含量计算法得到提取率的稳定性产生一定影响。

表 7 不同提取率检测方法在实际生产中的应用比较

Table 7 The application comparison in productive process with different extraction rates of detection methods

方法 Method	取样难度 Sampling difficulty	准确性 Accuracy	快捷性 Rapidness
残渣称重法 Residue weighting method	难	不准确	快捷
极限提取法 Limit extraction method	较易	准确	较繁琐
提取液固含量计算法 Algorithm for solid content of extracts	较易	较准确	快捷

### 3 结论

该研究得出,提取液固含量计算法测定的萃取率与残渣

(上接第 101 页)

比色皿架及比色皿在使用中要正确到位,若操作不当造成偶然误差,会严重影响分析结果。应保证比色皿不倾斜放置,否则会使参比样品与待测样品的吸收光径长度不一致,还可能使入射光不能全部通过样品池,导致测试比准确度不符合要求。其次,应保证每次测试时,比色皿架推拉到位。若不到位,将影响到测试值的重复性或准确度。还应保证比色皿的清洁度,不至影响透光度。

### 3 结论与讨论

该试验用磷标准溶液研究了测试波长、显色酸度、显色温度和时间等条件,确定最佳测试条件为波长 420 nm,溶液酸度 0.5 ~ 1.0 mol/L,显色温度和时间为 15 °C 以上 20 ~ 30 min。同时进行了回收率试验,并与国标法比较,测定了不同种类的饲料级磷酸盐样品中总磷含量,结果回收率 97.5% ~ 100.1%,平行测定结果绝对差值 0.04% ~ 0.10%,小于 0.20%,均满足标准要求。

分光光度法用于测定饲料级磷酸盐中磷的含量,通过控

称重法和极限提取法测定的萃取率之间差异不显著;残渣称重法不适用于生产线在线检测,极限提取法和提取液固含量计算法都适用于生产线在线检测,两者相比较之下,极限提取法检测过程繁琐,提取液固含量计算法操作简单快捷。

提取液固含量计算法操作简单快捷,检测结果重现性好,适用于造纸法再造烟叶生产线提取率在线检测,因此具有良好的应用前景。

### 参考文献

- [1] 杨彦明,唐自文,付宇,等. 造纸法再造烟叶浸取工艺研究[J]. 应用化工,2009,38(3):425-428.
- [2] 林强. 提取和搓丝工艺对造纸法再造烟叶品质的影响及其改进[J]. 企业技术开发(学术版),2013,32(4):54-56.
- [3] 常纪恒,朱聪阳,张彩云,等. 造纸法烟草薄片萃取技术初探[J]. 烟草科技,2002,46(1):14-17.
- [4] 施建在. 造纸法再造烟叶生产线萃取率的计算方法[J]. 江西农业学报,2011,23(8):83-84.
- [5] 黄申元. 造纸法再造烟叶生产线萃取率的检测与计算方法[J]. 烟草科技,2005,49(6):20.
- [6] 轻工部造纸工业科学研究所. 造纸原料水抽出物含量的测定:GB/T 2677.4-1993[S]. 北京:中国标准出版社,1993.

制测试溶液酸度、显色温度和时间等测试条件,可以满足标准要求的准确度和精密度,方法简便、快速。

### 参考文献

- [1] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 饲料级磷酸氢钙:GB/T 22549-2008[S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [2] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 饲料级磷酸二氢钙:GB/T 22548-2008[S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [3] 中华人民共和国国家发展和改革委员会. 饲料级磷酸一、二钙:HG/T 3776-2005[S]. 北京:中国标准出版社,2005.
- [4] 中华人民共和国工业和信息化部. 饲料级磷酸二氢钾:HG/T 2860-2011[S]. 北京:中国标准出版社,2011.
- [5] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 饲料中总磷的测定:GB/T 6437-2002分光光度法[S]. 北京:中国标准出版社,2002.
- [6] 武英利,李海龙,闫超,等. 分光光度法测定磷酸氢钙中磷含量[J]. 中国饲料,2002(15):25-26.
- [7] 高大威,朱晶,朱桂燕. 磷酸氢钙中磷含量的两种检测方法之比较[J]. 黑龙江粮食,2002(5):46,23.
- [8] 郭萍. 快速测定饲料级磷酸氢钙、磷酸二氢钙中钙、总磷含量[J]. 中国饲料添加剂,2005,31(1):36-37.
- [9] 李冲,廖正福,魏永春,等. 分光光度法测定磷酸二氢钙中磷含量[J]. 化工技术与开发,2009,38(1):39-41.
- [10] 李光明,万荣,李霞,等. 饲料磷酸盐中磷含量的三种检测方法比较分析[J]. 饲料广角,2014(6):19-21.