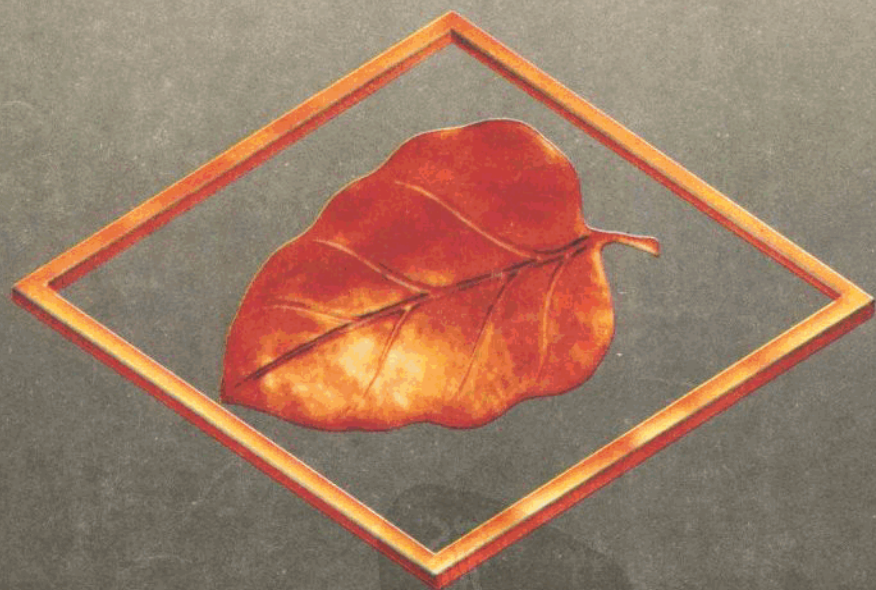


烟草分析与检验

张槐苓 葛翠英 编
穆怀静 毛多斌



河南科学技术出版社

前 言

随着卷烟工业的发展和人们对吸烟与健康问题的关注，烟草与烟气的分析显得越来越重要。在烟草行业的生产、科研、管理、教学等各个部门，它已经形成一个独立的分支，成为烟草科学必不可少的一部分。

本书是根据我们在郑州轻工业学院烟草工程专业讲授烟草与烟气分析课程的讲稿整理而成。该科目的任务是准、快、全地分析出烟草和烟气的成分，为提高卷烟质量，保护烟民健康而服务。由于科技的迅速发展、烟草与烟气成分的复杂，加之讲课学时（总学时数为 62，其中讲课 32 学时；试验 30 学时）所限，本书只能就其重要成分的分析方法进行讨论和介绍。编写过程中我们力求符合教学使用，注意由浅入深，循序渐进地介绍问题，同时也注意了系统性和理论与生产实践相结合，努力使本书适合自学。但由于作者水平所限，缺点和错误定会不少，敬希读者指正。

在编写过程中，曾得到多方人士的帮助，特别是中国烟草总公司郑州烟草研究院孙瑞申先生对本书的编写，给予指导和帮助，昆明烟草学校徐江明同志也为本书的出版做了很多具体工作，在此一并致谢。

作者

1993 年 8 月于郑州轻工学院

内 容 提 要

本书包括烟草一般成分的分析 and 烟气一般成分的分析。主要叙述分析方法和基本原理。对我国目前常规检测项目，叙述比较详细，并且每项都有几种方法可供选择。烟草分析的主要内容有烟样的采集与制备、灰分、水分、碳水化合物、氮、碱、酸、酚、酯、蜡、挥发油、萜类和色素等物质的测定。烟气分析主要内容有采样和制样，烟气的捕集以及粒相物（包括水分、生物碱、干焦油的测定）、气相物和醛、酸、酚、氰化氢、腈类、稠环等化合物的测定。

本书可供高等学校烟草工程专业本科生作试用教材和教学参考书，也可供有关科研、生产、管理和教师参考。

目 录

第一章 绪 论	1
§ 1 烟草发展史	1
一、世界烟草发展史简介	1
二、我国烟草发展史简介	2
§ 2 烟草分析课的任务与要求	2
一、烟草分析的形成和任务	2
二、本课程的主要内容和要求	3
第二章 采样和制样	5
§ 1 采样	5
一、采样的基本要求	5
二、采样工作的科学性	5
三、影响样品准确度的因素	5
四、烟叶采样的一般程序	6
五、烤烟的验收检验和取样的方法	7
六、卷烟取样法	9
§ 2 制样	9
一、烟叶检测样品的制备	10
二、烟支检测样品的制备	10
三、样品的保存	10
§ 3 烟草分析结果的表示	11
一、表示方式	11
二、表示数字	11
第三章 水分的测定	12
§ 1 水分测定的意义	12
一、加工、贮管、品质等要求一定水分	12
二、检测结果要求无水分	12
三、水分存在形态	12
§ 2 常用的水分测定方法	13
一、测定水分方法的分类	13
二、共沸蒸馏法	13
三、干燥法	15
四、电学法	17

五、化学法(卡尔——弗休法)	17
第四章 烟草灰分及主要无机元素的测定	20
§ 1 测定烟草灰分和元素含量的意义	20
一、烟草灰分	20
二、测定灰分和元素含量的意义	20
§ 2 烟草灰分的测定	21
一、测定基本原理	21
二、测定步骤	22
三、结果计算	23
四、注意事项	23
§ 3 元素含量测试液的制备方法	23
一、干法灰化	23
二、湿法灰化	24
三、抽提法	25
§ 4 钾的测定	25
一、测定钾含量的重要性	25
二、待测液的制备	25
三、几种测定方法	26
§ 5 烟草中钙和镁的测定	34
一、测定钙的意义	34
二、测定镁的意义	35
三、几种常用的测定方法	35
§ 6 磷的测定	44
一、测定原理	44
二、仪器和试剂	45
三、测定步骤	45
四、计算	46
五、备注	46
§ 7 硫的测定	46
一、测定原理	46
二、试剂	46
三、测定步骤	47
四、计算	47
五、备注	47
§ 8 氮的测定	47
一、测定方法的选择	49
二、待测液的制备	49
三、莫尔法(以 $K_2C_2O_4$ 为指示剂银量法)	50

四、佛尔哈德法	53
五、电位滴定法	54
第五章 碳水化合物的测定	58
§ 1 单糖	58
一、单糖的构型	59
二、单糖的化学性质	60
§ 2 双糖和多糖	63
一、双糖	63
二、多糖	64
§ 3 烟草中的碳水化合物	68
一、生长期叶片中碳水化合物含量的变化	68
二、昼夜中叶片碳水化合物的变化	68
三、新鲜叶与干叶碳水化合物的不同	68
四、调制方法对碳水化合物的影响	68
五、不同品种烟叶含糖量的差别	69
六、不同部位烟叶碳水化合物含量的差别	69
§ 4 碳水化合物的燃烧热解产物	69
一、碳水化合物燃烧热解的主要产物	69
二、碳水化合物燃烧热解的非主要产物	70
三、碳水化合物在 N_2 气流中的热解产物	70
§ 5 碳水化合物对烟质的影响	71
一、糖的影响	71
二、纤维素的影响	71
三、淀粉的影响	72
§ 6 碳水化合物的测定项目	72
一、可溶性部分	72
二、淀粉类	72
三、细胞壁物质的测定	73
四、碳水化合物测定项目之间的关系	73
§ 7 糖待测液的制备	73
一、可溶性糖的提取	73
二、提取液的澄清	74
三、常用的糖待测液制备方法	75
§ 8 水溶性还原糖的测定	76
一、铜系法	77
二、铁氰盐法	90
三、碘量法 (葡萄糖与果糖的测定)	92
四、缩合法	93

五、气相色谱法	96
§ 9 可溶性总糖和非还原糖的测定	97
一、测定原理	97
二、试剂	97
三、测定步骤	98
四、结果计算	98
五、注意事项	98
六、可溶性非还原糖的测定	98
§ 10 淀粉的测定	98
一、试剂	99
二、测定步骤	100
三、结果计算	100
§ 11 淀粉和糊精的测定	101
一、直接碱水解法	101
二、选择性水解法	102
§ 12 构成细胞壁物质的测定	103
一、粗纤维素的测定	103
二、细胞壁成分的测定	105
第六章 含氮化合物的测定	112
§ 1. 含氮化合物的存在形态和测定意义	112
一、含氮化合物的存在形态	112
二、含氮化合物的测定意义	114
§ 2 含氮化合物的测定项目	114
一、氮含量的测定项目	114
二、氮含量测定项目之间的关系	115
§ 3 不含硝态氮烟叶总氮的测定	115
一、测定总氮的意义	116
二、凯氏法测定总氮的基本原理	116
三、不含硝态氮烟叶总氮测定步骤	120
§ 4 含硝态氮烟叶测定方法	126
一、水杨酸解硝法	126
二、还原铁解硝法	127
§ 5 硝态氮的测定	128
一、二甲基酚法	128
二、选择电极法	130
§ 6 氨态氮的测定	131
一、乙醇溶液萃取法	131
二、缓冲溶液萃取法	134

三、扩散法	135
§ 7 蛋白质的测定	136
一、醋酸抽提法	139
二、三氯乙酸抽提法	140
三、硫酸铜凝聚法	140
§ 8 可溶性氮的测定	141
一、水溶性总氮的测定	141
二、酰胺氮的测定	142
三、碱性中可挥发氮的测定	143
四、碱中不挥发氮的测定	143
§ 9 含氮化合物测定程序	150
第七章 烟草中碱类物质的测定	152
§ 1 烟草中的碱类物质	152
一、烟草生物碱	152
二、挥发碱	152
三、其它碱类物质	152
§ 2 烟草生物碱的主要理化性质及其与烟草品质的关系	152
一、烟草生物碱的主要组成	152
二、烟碱的物理性质	154
三、烟碱的化学性质	155
四、烟碱的热解产物	156
五、烟碱与烟草品质的关系	158
§ 3 总生物碱的测定	159
一、待测液的制备	159
二、硅钨酸沉淀法	160
三、分光光度法	161
四、直接酸提脱色分光光度法	164
五、煤油提取法	164
§ 4 烟碱类烟草生物碱与去甲基类烟草生物碱的分离与测定	166
一、两类烟草生物碱性质的主要差别	166
二、烟碱类生物碱和去甲基类生物碱的测定	167
§ 5 个别生物碱的测定	172
一、烟碱的测定	172
二、去甲基烟碱的测定	175
三、几种生物碱的联合测定	177
§ 6 挥发碱的测定	179
一、测定原理	179
二、试剂	180

三、测定步骤	180
四、结果计算	180
第八章 气相色谱分析简介	181
§ 1 气相色谱法概述	181
一、色谱法的分类	181
二、气相色谱法的特点	182
三、气相色谱法的工作流程	183
§ 2 气相色谱分析理论基础	184
一、气相色谱基本原理	184
二、气相色谱流出曲线和有关术语	185
三、色谱柱效能	187
§ 3 色谱分析条件的选择	192
一、总分离效能指标	192
二、分离操作条件的选择	194
§ 4 固定相及其选择	197
一、气固色谱固定相	197
二、气液色谱固定相	197
§ 5 气相色谱检测器	204
一、热导池检测器	204
二、氢火焰离子型检测器	207
§ 6 气相色谱定性鉴定方法	209
一、利用纯物质对照的定性鉴定	209
二、利用文献保留数据定性鉴定	209
三、与其它方法结合的定性鉴定	210
四、利用检测器的选择性进行定性鉴定	210
§ 7 气相色谱定量测定方法	211
一、峰面积测量法	211
二、定量校正因子	212
三、几种常用的定量计算方法	214
第九章 有机酸的测定	218
§ 1 烟草中的有机酸及其测定意义	218
一、烟草中的有机酸	218
二、有机酸的测定意义	218
§ 2 烟草水浸液酸度的测定	221
一、水浸液总酸度的测定	221
二、水浸液酸度的测定	222
三、灰分碱度的测定	223
§ 3 总挥发有机酸的测定	224

一、酸碱滴定法	224
二、色谱法	225
§ 4 不挥发性有机酸的测定	228
一、基本原理	228
二、试剂	228
三、测定步骤	228
四、结果计算	229
五、说明	229
第十章 脂、蜡、挥发油和萜类物质的测定	230
§ 1 二氯甲烷萃取物的测定	232
一、高级烃、萜烯醇、甾醇类物质的测定	232
二、茄尼醇的测定	234
§ 2 叶面树脂的测定	235
一、叶面 2,7,11—西柏三烯—4,6 二醇的测定	235
二、叶面冷杉醇的测定	237
§ 3 烟叶中脂、蜡和挥发油、树脂的测定	239
一、乙醚萃取物的测定	240
二、石油醚萃取物的测定	241
§ 4 挥发油含量的测定	241
第十一章 酚类化合物的测定	243
§ 1 烟草中的酚类化合物	243
一、烟草中酚类化合物的存在特征	243
二、酚类化合物与烟质的关系	245
§ 2 酚类物质的测定	245
一、高锰酸钾法	245
二、酒石酸铁比色法	246
§ 3 多酚(绿原酸和芸香苷)的测定	247
一、气相色谱法	247
二、液相色谱法	248
三、比色法	250
§ 4 挥发酚的测定	252
一、基本原理	252
二、试剂	252
三、测定步骤	253
四、结果计算	253
五、说明	253
第十二章 色素的测定	254
§ 1 烟叶中的色素	254

§ 2 叶绿素的测定	257
一、基本原理	257
二、仪器和试剂	258
三、测定步骤	258
四、结果计算	258
§ 3 类胡萝卜素的测定	259
一、基本原理	259
二、仪器和试剂	259
三、测定步骤	259
四、结果计算	259
五、说明	260
第十三章 烟气分析概述	261
§ 1 烟气的形成和主要成分	261
一、主流烟气的形成	262
二、侧流烟气	263
三、抽吸时卷烟的燃吸状态	264
§ 2 烟气的收集方法	268
一、烟气的性质	268
二、影响烟气成分的几种因素	270
三、烟气的收集	271
四、烟气的不稳定性和人为产物的形成	271
第十四章 卷烟烟气分析方法	279
§ 1 卷烟的取样和制样	279
一、卷烟的取样	279
二、卷烟分析样品的制备	280
§ 2 吸烟机和烟气的捕集	281
一、吸烟机	281
二、烟气的主要捕集方法	284
§ 3 粒相物的测定	284
一、总粒相物的测定	285
二、粒相物中水分的测定	285
三、粒相物中生物碱和尼古丁的测定	287
§ 4 一氧化碳的测定	294
一、基本原理	294
二、仪器和试剂	294
三、校正	294
四、测定步骤	294
§ 5 醛类的测定	295

一、总挥发性脂肪醛的测定	295
二、丙烯醛的测定	298
三、甲醛的测定	302
§ 6 酸类物质的测定	304
一、测定原理	304
二、仪器	304
三、试剂	304
四、测定步骤	305
五、结果计算	305
§ 7 氰化氢的测定	306
一、测定原理	306
二、仪器设备	306
三、试剂	306
四、标准曲线的制作	306
五、测定步骤	307
六、结果计算	307
七、注意事项	307
§ 8 酚类化合物的测定	307
一、总蒸汽挥发酚的测定	308
二、个别蒸气挥发酚的测定	310
§ 9 一氧化氮的测定	312
一、基本原理	312
二、仪器设备	312
三、试剂	312
四、校正方法	312
五、测定步骤	313
六、结果计算	313
§ 10 腈类物质的测定	313
一、基本原理	313
二、仪器设备	313
三、试剂	314
四、标准曲线的绘制	314
五、测定步骤	314
六、结果计算	314
§ 11 稠环化合物的测定	315
一、基本原理	315
二、仪器和试剂	315
三、测定步骤	316

四、结果计算	317
第十五章 连续流动分析	318
§ 1 简介	318
一、取样系统	318
二、液体驱动系统	319
三、混合反应系统	319
四、检测系统	319
§ 2 气泡间隔连续流动分析	320
一、定量分析的基础	321
二、连续流动设计原理	321
§ 3 烟碱和总还原糖自动分析法 (AAII 型自动分析仪)	322
一、基本原理	322
二、试剂	322
三、样品制备	324
四、仪器参数	324
五、仪器准备	324
六、测定步骤	324
七、结果	325
八、计算	325
九、稳定状态的校正	325
十、渗析器	326
十一、注意事项	326
§ 4 可溶性总糖的测定	326
一、基本原理	326
二、试剂	327
三、仪器	327
四、测定步骤	328
五、结果计算	329
六、说明	329
§ 5 氯的测定	330
一、基本原理	330
二、试剂	330
三、测定步骤	331
四、结果计算	331
§ 6 流动注射分析	332
一、简介	332
二、分析实例	333
主要参考书目	335

第一章 绪 论

§ 1 烟草发展史

一、世界烟草发展史简介

烟草为茄科 (Solanaceae) 烟属 (Nicotian) 植物。它的种植与使用起源于美洲。据考古学得知, 1300 多年以前的美洲石雕就有人们吸烟的图像。不过烟草在世界传播开来, 还是在哥伦布发现新大陆以后。1492 年哥伦布航海到美洲时, 发现当地人吸烟。自此便把烟草的种植和使用带回西班牙。首先在伊比利亚半岛种植, 初多作为观花欣赏和药物使用。1560 年传入法国, 1584 年传入英国, 16 世纪末传遍欧洲。随着资本主义的发展, 烟草又相继传入非洲和亚洲一些地区。到 17 世纪后期, 烟草已传遍世界各地。由于烟草消耗量迅速增加, 烟草的生产和加工也很快发展起来。从开始个体小规模加工逐渐走上大规模工业化生产。1756 年在盛产烟叶的墨西哥城, 建立了世界第一座烟厂, 1853 年研制成世界第一台卷烟机, 生产速度为 60 支/分。1883 年德国邦萨克又研制成第一台连续生产的卷烟机, 生产速度为 200 支/分。随着资本主义的发展, 烟草工业的管理体制也不断发生变化, 1902 年在美国首先出现了烟草托拉斯——美国烟草大王。后又出现了英美联合烟草公司, 争霸世界烟草市场。自此开始了世界范围内的烟草竞争。

随着烟草工业的兴起, 烟草科技也迅速发展。首先是卷烟设备不断更新, 100 多年来, 卷烟机从过去 200 支/分的生产速度, 提高到现今的 9000~10000 支/分生产速度。随着高科技的应用, 生产出现了自动化、微机化, 生产过程中进行自检, 不合格者自动分出。其次在工艺上也不断发展, 从过去的切丝、卷制、包装的简单工艺到现在的发酵、回潮、切尖打叶、加香加料的卷、接、包工艺, 有了很大变化。近年来在生产中又出现了烟丝、梗丝膨胀和薄片等新技术。20 年前, 卷烟生产还是卷烟、接咀、包装分别处理, 而目前卷接包联合机组已经大量使用, 提高了生产能力, 改进了产品质量。

在卷烟工业发展的同时, 人们对烟草品质和吸烟与健康的问题也特别重视, 开展了烟草化学方面的研究, 目的是想了解烟草品质与成分的关系, 以及香气成分、有毒物质等。在研究过程中积累了大量资料, 逐步形成了烟草化学和烟草分析。

回顾烟草的发展, 在 500 多个春秋中, 历经波折。自它开始传播起, 就遇到了吸烟与禁烟的斗争。虽然有割鼻、坐牢、杀头等刑罚, 但都没能阻止吸烟的扩散, 目前世界上已有数亿烟民。不过自 20 世纪 50 年代英、美政府发表吸烟危害健康的公报后, 人们开始对烟气中的有害物质进行研究。60 年代出现了咀烟, 70 年代出现了低焦油卷烟 (由过去的 35 毫克/支降至 15 毫克/支)。焦油含量更低的卷烟如 10 毫克/支以下的卷烟虽然也出现过, 但都没能占领市场。近 10 多年来卷烟焦油含量一直保持在 15 毫克

/支左右。

为了加强对烟草的研究, 18个国家和地区于1956年在巴黎成立了CORESTA烟草研究合作中心, 为世界烟草科技的发展作出了贡献。目前它已成为烟草研究的国际学术组织。

二、我国烟草发展史简介

烟草传入我国, 比较传统的说法是在明清万历年间(公元1573~1620)。进来的路线有三条, 一条是从菲律宾传入福建, 一条是由南洋传入广东, 第三条是从日本经朝鲜传入我国东北辽宁。

在我国明清史书中, 最早提到烟草由菲律宾传入我国的是明末名医张介宾, 在他的《景岳全书》中说:“烟草以前从没听说过, 近来从万历年起, 才出现在福建、广东一带。”

至于卷烟的传入, 那是20世纪初的事。1902年我国创立北洋烟厂。随着帝国主义的炮舰政策, 1903年英美烟草公司在我国也建立烟厂。1917年日本在天津等地又建立了东亚烟草公司。在帝国主义侵略下, 我国烟草工业倍受摧残。建国(1949年)前我国卷烟年产量只有160万箱, 只能满足国内市场销售的1/3。建国后烟草才得到了大发展, 1957年我国卷烟达446万箱。目前我国年产3200万箱, 占世界第一位。除满足国内需要外, 每年还有一部分出口。

为了加强烟草科技研究工作, 1958年在郑州成立了烟草研究所(现改名为郑州烟草研究院)。1959年在山东又成立了以农业栽培为主的烟草研究所。1982年我国成立烟草总公司。1983年公布烟草专卖法。1984年郑州轻工业学院招收全国第一届烟草工程专业本科大学生。

虽然近年来我国烟草事业发展很快, 但在技术水平上与发达国家相比, 还有一定差距。如目前我国卷烟焦油含量大多为中, 15~25毫克/支。为了降低我国卷烟焦油含量, 还必须作出一番努力。从卷烟类型讲必须逐步改变我国烟民的吸烟习惯, 推广混合型卷烟。卷烟生产中大量使用膨胀烟丝和梗丝, 改进薄片质量和加大它的使用量。卷制过程中采用高透盘纸、复合滤咀、打空通气等技术。从农业角度, 必须改良育种、栽培、管理等, 生产出香质好、焦油含量低的烟叶。使我国卷烟在不久的将来, 也能以生产低焦油卷烟为主。

回顾我国卷烟工业的发展, 只是从建国后才迅速发展的, 而且基本是“六五”期间打基础, “七五”期间大发展, “八五”期间上水平。因而今后卷烟工业的主要任务是提高卷烟质量, 使我国卷烟打入国际市场。

§ 2 烟草分析课的任务与要求

一、烟草分析的形成和任务

烟草与烟气分析的形成与烟草工业的发展密切相关。自1809年发现烟草中含有剧毒物质尼古丁后, 人们对烟草和烟气成分的研究就非常重视。一方面是想了解烟草和烟

气成分与品质的关系，另一方面是想了解烟气中究竟那些物质危害人体健康。这样促使人们从化学角度对烟草进行研究，对烟草和烟气成分进行大量分析，同时积累了许多资料。目前对烟草和烟气的成分有了初步了解，烟草和烟气中所含化合物的种类和数目大致如下表所示。

表 1—1 烟气主要化合物类别中鉴定出的化合物数目

类 别	数 目
酰胺、亚酰胺、内酰胺类	237
羧酸类	227
内脂类	150
酯 类	474
醚 类	811
醛 类	108
酮 类	521
醇 类	379
酚 类	282
胺 类	196
氮杂环类	921
烃 类	755
腈 类	106
酸酐类	11
碳水化合物	42
总 计	4720

(据 F·Dabe 报导，烟草和烟气中各种成分数目的估计数字为：烟气中有 3875 种，烟叶中有 2549 种，烟气和烟草中共同存在的有 1135 种，烟草单有的成分有 1414 种，烟气中单有的成分为 2740 种。)

尽管如此还有许多问题没有解决。烟草和烟气分析亟待发展。从分析技术上讲，目前烟草和烟气分析已走上灵敏、连续、自动化的道路。各种先进的分离分析方法已广泛应用，如红外、紫外、色谱、质谱、微机等都已普遍使用。近年来为了加强烟草香味的研究，又使用了顶空分析方法。

随着烟草工业的发展和人们需求的提高对烟草和烟气分析不断提出新的要求。特别是卷烟香味、杂气、余味、刺激和劲头的改进，以及卷烟焦油含量的降低都离不开分析与检测。因而烟草与烟气分析是烟草科技中必不可少的一个分支，它的任务是准确、快速、全面的分析出各种成分，以及在不同加工工艺过程中成分的变化，以便更好的满足人们的需要。

二、本课程的主要内容和要求

本课程的主要内容有三个部分：

- 烟草常规分析的方法和原理，以及国家规定的有关的各种检测标准。

b. 烟草中比较重要成分的分析方法和原理。

c. 烟气分析的方法和原理。

由于科学不断发展, 新技术不断应用, 对烟草与烟气分析讲, 本课程只是一门入门课, 还有许多问题不能在课堂上讲授, 望大家在以后的工作中逐步提高。

本课程是一门实践性强的课程, 理论和实验同样重要, 望大家不要忽视实验要求。