

滤袋式纤维分析仪测定茶叶中的粗纤维含量

一、前言

茶叶，指茶树的叶子和芽。别名茶、槲(jiǎ)，茗，荈(chuǎn)。泛指可用于泡茶的常绿灌木茶树的叶子，以及用这些叶子泡制的饮料，后来引申为所有用植物花、叶、种子、根泡制的草本茶，如"菊花茶"等；用各种药材泡制的"凉茶"等，在中国文学中亦称雷芽。有些国家亦有以水果及香草等其它植物叶而泡出的茶，如"水果茶"。粗纤维含量可通过纤维测定仪来测定，其原理为经固定量的酸和碱，在一定条件下消煮样品，再经石油醚、丙酮除去醚溶物，经高温灼烧扣除矿物质的量，所余量即为粗纤维。本实验参照《GB/T 6434 饲料中粗纤维的含量测定》采用滤袋法对茶叶中的粗纤维含量进行测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

F2000 全自动纤维分析仪；高速粉碎机；分析天平；鼓风干燥箱；封口机；油性签字笔；自封袋；干燥器；1mm 筛。

2.2、试剂

实验用水应符合 GB/T6682 中三级用水的规格，使用试剂除特殊说明外，均为分析纯。

盐酸溶液（0.5mol/L）：量取 41.7mL 盐酸，用水稀释并定容至 1000mL，混匀。

硫酸溶液（ $0.13 \pm 0.005 \text{mol/L}$ ）：量取 7.2mL 硫酸，缓慢注入 1000mL 水中，混匀。按照 GB/T 601 标定。

氢氧化钾溶液（ $0.23 \pm 0.005 \text{mol/L}$ ）：称取 15.18g 氢氧化钾，用水溶解，定容至 1000mL，混匀。按照 GB/T 601 标定。

丙酮。

石油醚:沸程 30℃~60℃。

滤纸。

三、实验方法

3.1 样品制备

将样品粉碎并过 1mm 筛，样品装入自封袋内备用。取经 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥 2h、在干燥器中冷却至室温的滤袋，称量，精确至 0.0001g。称取试样 1g，精确至 0.0001g，装入滤袋内，试样体积一般不超过滤袋容量的 1/2，将封口机加热档位调至 3-4 档，将滤袋封口。如太满，可适当减小称样量，但不得低于 0.2g。若试样脂肪含量超过 5%，则需按 3.2 进行预先脱脂，试样碳酸盐含量超过 5%，则按 3.3 需除去碳酸盐。若试样脂肪含量不超过 5%，碳酸盐含量不超过 5%，则直接从 3.4 开始。

3.2、预先脱脂

将装有试样的滤袋放入烧杯中，置于通风厨中，加入丙酮或石油醚，使样品完全浸没，浸泡 5 min，期间用玻璃棒轻轻搅拌翻动 2 次，或取出滤袋反复浸没 2 次，倒去烧杯中的丙酮或石油醚。取出滤袋，放在滤纸上，轻轻挤压去除滤袋上的丙酮或石油醚，在通风厨中挥发 30 min，去除残余丙酮或石油醚。

3.3、除碳酸盐

将装有试样的滤袋放在烧杯中，加入 100 mL 盐酸溶液，浸泡 5 min，取出滤袋，用水冲洗至中性，再用滤纸把袋内水分轻轻挤干。

3.4、消煮

将滤袋置于样品架中，将样品架置于消煮罐内，设置实验方法后，仪器自动进行酸碱消煮并洗涤。参数设置如下表。

表 1 参数设置

加液	酸试剂
消煮	55 分钟
洗涤	4 次
加液	碱试剂
消煮	55 分钟
洗涤	4 次

仪器消煮完毕取出滤袋，稍冷却，再用滤纸把袋内水分轻轻挤干。

3.5 脱脂

将消煮后的滤袋放入干净烧杯，置于通风厨中，加入丙酮，使样品完全浸没，浸泡 5 min，期间用玻璃棒轻轻搅拌翻动 2 次，或取出滤袋反复浸没 2 次，倒去烧杯中的丙酮。取出滤袋，放在滤纸上，轻轻挤压去除滤袋上的丙酮，在通风厨中干燥 30 min，去除残余丙酮。

3.6 烘干

将脱脂后的滤袋置于干燥箱中，105 °C±2 °C（5.3.4）干燥4h，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至0.000 1 g，直至连续两次称量的差值不超过2mg。

3.7 灰化

将烘干、称重后的滤袋放入已恒重的坩埚中，置于电炉或电热板上，小心加热至滤袋和残渣完全炭化，于600 °C±25°C灰化3 h，取出坩埚，初步冷却后，在尚温热时置于干燥器中，冷却至室温，然后称量坩埚及灰分质量，精确至0.000 1 g，直至连续两次称量的差值不超过2mg。

3.8 空白测定

用空白滤袋，不加样品，按3.4至3.7进行空白试验。灰化引起的质量损失不应超过空白滤袋的质量。

3.9 实验数据处理

试样中粗纤维的含量以质量分数 w_2 计，数值以百分含量（%）表示，按公式（1）计算：

$$w_2 = \frac{m_6 - (m_8 - m_7) - m_5 \times f}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$f = \frac{m_{b6} - (m_{b8} - m_{b7})}{m_{b5}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_4 ——试样质量，单位为克（g）；

m_5 ——滤袋质量，单位为克（g）；

m_6 ——滤袋和试样残渣干燥后的质量，单位为克（g）；

m_7 ——坩埚质量，单位为克（g）；

m_8 ——坩埚、滤袋和试样残渣灰化后的质量，单位为克（g）；

f ——空白滤袋灰化校正因子，按照公式（2）计算；

m_{b5} ——空白试验滤袋质量，单位为克（g）；

m_{b6} ——空白试验滤袋干燥后的质量，单位为克（g）；

m_{b7} ——空白试验坩埚质量，单位为克（g）；

m_{b8} ——空白试验坩埚、滤袋灰化后的质量，单位为克（g）

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的茶叶样品经消煮，灰化等步骤，得到实验结果如表 2 所示：

表 2 粗纤维含量测试结果

样品名称	样品重量	粗纤维含量	平均值
茶叶 1#	1.0050g	14.66 %	14.71%
	1.0036g	14.75%	
茶叶 2#	1.0070g	10.22%	10.17%
	1.0073g	10.11 %	

4.2、结论

本次测试的茶叶样品粗纤维含量为 14.71%和 10.17%，结果重复性良好。

五、注意事项

硫酸及氢氧化钾试剂配制后应先标定后使用。

烘干及灰化的时间供参考，具体时间以恒重为准（连续两次称量的差值不超过 2mg）。

参考文献

[1] GB/T 6434 饲料中粗纤维的含量测定[S] .