

超声波提取 ICP-AES 法测定烟草中矿物元素

吴玉萍 李天飞 李琼珍 王东丹 杨金辉

(云南烟草科学研究院生物技术重点实验室 昆明市科医路 41 号 650106)

摘 要

本文研究了超声波提取烟叶中的部分矿物元素, 浸提液用 ICP-AES 法测定, 其中 K、Ca、Mg、B、Zn 获得了较满意的结果, P、Mn 的测定结果稍偏低。此方法快速安全、试剂用量少、污染小、操作简便, 适合烟草样品中上述元素的快速检测。与硝酸-高氯酸湿消化法对照, 结果吻合。并测定了国家烟草标样 GBW 08514 和 GBW 08515, 其结果与标准值相符。

关键词 超声波提取, ICP-AES, 烟草, 矿物元素。

中图分类号: O 657. 31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2002)04-0508-04

1 前言

烟草中钾、镁、硼等矿物元素在其生长发育过程中起着重要作用, 并影响着烟叶的内在化学成分协调, 及烟叶的可用性, 因此检测这些元素的含量, 可判断烟株养分的丰缺情况, 进行营养诊断, 指导合理施肥和科学管理烟草的种植, 同时也是正确评价烟叶品质的必要指标。

生物样品中多元素分析通常采用硝酸-高氯酸湿消化法^[1], 干灰化法^[2,3], 或用微波消解^[4,5]等方法处理样品, ICP-AES 测定。前两种方法存在着试剂用量大、污染环境、费时等缺点, 而微波消解系统价格较昂贵。本文用 1mol/L 盐酸超声波浸提烟草样品, ICP-AES 测定方法, 结果较为满意。适用于烟草样品中 K、Ca、Mg、B、Zn 等元素的测定, 具有实用价值。

2 材料与方 法

2.1 仪器及其工作条件

DRE/Echelle 直读中阶梯光栅 ICP 发射光谱仪(美国 Leeman Labs 公司)。功率: 1.1kW, 冷却气 18L/min, 辅助气 0.5L/min, 雾化器压力 0.3MPa, 样品提升量 1.2mL/min。观察位置: 垂直采用 Mn1 线, 水平采用 Fe2 线进行光源最佳位置调整。B5210E-DTH 型超声波仪(美国 BRANSON 公司)。

2.2 试剂及标准溶液

盐酸、硝酸(分析纯); 高氯酸(优级纯); K、Ca、Mg、Mn、P、Zn、B 的基准试剂由国家钢铁材料测试中心提供(1000 μ g/mL)。

根据标准溶液的性质与测定的需要, 采用单元素标准贮备液, 分两组配制成多元素混合标准溶

联系人, 电话: (0871)8316659; (0871)8319962; 传真: (0871)8319136; E-mail: ypwuxia@263.net

作者简介: 吴玉萍(1974—), 女, 云南省建水县人, 研究实习员, 从事等离子光谱、原子吸收光谱等仪器分析工作。

收稿日期: 2002-02-04

液, 元素分组及其质量浓度见表 1。

超声波浸提用 1mol/L 盐酸溶液, 硝酸-高氯酸消化法用 2% 硝酸溶液。

表 1 多元素混合标准溶液分组表 (mg/L)

元 素	K	Ca	Mg	P	Mn	B	Zn
混标 1	10.0	10.0	1.0	5.0	0.5	0.2	0.2
混标 2	30.0	30.0	10.0	30.0	2.0	1.0	2.0

2.3 样品处理

2.3.1 超声波浸提

称取 40 烘干并粉碎过 40 目筛的烟样 0.3g, 置于 150mL 三角瓶中, 加 1mol/L 盐酸 50mL, 塞上橡皮塞, 置于超声波仪中浸提 40min, 过滤。每个供试样品重复 7 次。同法制备烟草标准样 GBW 08514 和 GBW 08515 (国家标准物质研究中心提供)。将浸提液分别取 5mL 稀释 10 倍供 ICP-AES 测定 K, Ca, Mg。剩余的浸提液供 ICP 测定 P, Mn, B, Zn。

2.3.2 硝酸-高氯酸消化法

称取 40 烘干并粉碎过 40 目筛的烟样 0.3g, 置于 150mL 三角瓶中, 加 10mL 硝酸和 2mL 高氯酸, 放上小漏斗, 浸泡过夜, 置于可调电热板上微火加热至红色气体冒尽, 继续升温加热至冒浓白烟, 冷却, 用去离子水冲洗瓶壁, 加入 2mL (1+1) 盐酸, 并微热溶解结晶物, 冷却后定容于 50mL 容量瓶中。将消解液分别取 5mL 稀释 10 倍供 ICP-AES 测定 K, Ca, Mg。剩余的消解液供 ICP 测定 P, Mn, B, Zn。

2.4 元素的分析线及观察方法

各元素的分析线及观察方法是根据元素的谱线特征、元素间的干扰情况以及仪器对该种元素的检测灵敏度确定的, 见表 2。

表 2 元素的分析线及观察方法

测定元素	K	Ca	Mg	P	Zn	Mn	B
波长 (nm)	766.49	393.37	279.55	213.62	213.86	257.61	249.68
观察方法	水平	垂直	垂直	垂直	水平	垂直	水平

3 结果与讨论

3.1 样品重复测定结果

本实验对两种处理方法进行了 7 次平行样测定, 测定值如表 3, 与传统的湿法消化相比较, 超声波浸提法的测量精度较高, 相对标准偏差在 1.71%—7.91% 之间。对样品处理的两种方法比较 (见表 3) 可以看出, 除 P 外, 其他 6 种元素的 t 值均小于 $t_{0.05, 12}$ ($t_{0.05, 12} = 2.179$), 说明两种样品处理方法对该 6 种元素的浸提不存在显著差异, 没有系统误差。

3.2 烟草标准样品分析结果和精密度

通过对烟草标准样品两种处理方法的测定结果 (见表 4), 可以看出用超声波浸提 ICP 测定, 其中 K, Ca, Mg, Zn, B 的测定值与标准值基本吻合, P, Mn 的值稍偏低。由此也说明超声波浸提测定烟草中 K, Ca, Mg, Zn, B 5 种元素是准确、可行的。

3.3 回收率试验

本实验对上述元素进行了标准加入回收试验, 结果见表 5。回收率在 98.2%—112.3% 之间, 结果较为满意。

表 3 两种样品处理方法比较

样品前 处理方法	测定与计算	K (%)	Ca (%)	Mg (%)	P (%)	Mn (mg/kg)	B (mg/kg)	Zn (mg/kg)
超 声 波 浸 提	测定值	3.60	2.50	0.676	0.138	164.8	31.9	30.0
		3.60	2.56	0.665	0.144	168.5	34.0	31.1
		3.58	2.45	0.681	0.142	166.1	31.5	30.8
		3.80	2.59	0.744	0.142	170.0	31.8	26.1
		3.76	2.48	0.724	0.146	172.2	31.5	31.8
		3.86	2.53	0.745	0.148	171.2	32.5	30.1
		3.67	2.59	0.734	0.145	165.8	30.6	26.2
	平均值	3.69	2.53	0.710	0.143	168.4	31.9	29.4
RSD (%)	3.01	2.16	4.87	2.27	1.71	3.32	7.91	
酸 消 化 法	测定值	3.80	2.86	0.732	0.172	164.6	30.4	33.4
		3.92	2.71	0.719	0.171	168.5	29.5	31.5
		3.63	2.62	0.693	0.182	164.3	29.0	33.9
		3.73	2.67	0.694	0.196	170.3	30.3	27.5
		3.82	2.30	0.690	0.192	191.5	32.4	29.6
		3.69	2.44	0.701	0.185	185.7	32.2	32.7
		3.74	2.43	0.654	0.188	185.0	30.0	29.2
	平均值	3.76	2.57	0.698	0.184	175.7	30.5	31.1
RSD (%)	2.52	7.52	3.53	5.17	6.45	4.23	7.73	
t 值	1.12	0.55	0.69	9.75	1.54	2.05	1.22	

$$t = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{S} \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$$

表 4 烟草标准样品超声波浸提结果与标准值对照

(n = 3)

测定元素	GBW 08514			GBW 08515		
	平均值	RSD (%)	标准值	平均值	RSD (%)	标准值
K (%)	2.35	2.71	2.39 ± 0.10	3.24	3.28	3.31 ± 0.12
Ca (%)	3.04	1.08	3.00 ± 0.08	4.33	0.73	4.30 ± 0.14
Mg (%)	0.53	0.15	0.51 ± 0.02	0.73	0.69	0.74 ± 0.04
P (%)	0.20	1.24	0.229 ± 0.014	0.23	5.09	0.258 ± 0.015
Mn (μg g ⁻¹)	86.2	4.01	93.9 ± 3.4	194.8	2.30	236 ± 12
Zn (μg g ⁻¹)	28.7	6.16	28.6 ± 2.0	38.0	3.59	36.2 ± 3.0
B (μg g ⁻¹)	22.35	1.90	22.0 ± 1.8	42.67	0.06	41.6 ± 2.2

表 5 回收率实验

(mg/L)

测定元素	K	Ca	Mg	P	Mn	B	Zn
本底值	18.97	13.20	3.42	8.89	1.15	0.23	0.21
加入量	样 1	4.20	4.08	4.22	1.10	1.04	1.07
	样 2	10.02	9.90	9.88	1.96	2.10	2.06
测定值	样 1	23.34	17.56	8.16	9.97	1.32	1.36
	样 2	28.92	23.04	13.14	10.95	2.57	2.36
回收率 (%)	样 1	104.0	106.9	112.3	98.2	106.7	107.5
	样 2	99.3	99.4	98.4	105.1	106.3	111.4

4 结论

通过光谱扫描可知,用超声波浸提处理烟草样品,浸提液基体对被测元素几乎无干扰或干扰较小,因此测定上述元素无需作背景校正。

超声波-盐酸浸提法不同于强酸湿法消化,前者不能彻底分解有机物,只是从植物组织中把被

测元素溶解出来, 表 4 结果表明, 本法对 K、Ca、Mg、B、Zn 5 种元素测定值与湿法消化测定值及烟草标准值吻合较好。但 P、Mn 稍偏低, 可能是此两种元素在烟草植物中, 部分以较稳定的有机态存在, 不能浸提完全。超声波-盐酸浸提法所用试剂较酸消化法少, 这不仅节约了试剂, 环境污染也较小。且各元素的空白值都明显低于酸消化法, 测定精密度也有所提高。浸提液用 ICP-AES 测定, 能够满足烟草中上述元素测定的精密度和准确度, 同时该方法快速、简便, 可同时测定多种元素, 适用于烟草的快速检测。

参考文献

- [1] 贺与平, 崔娅, 王淑华等 ICP-AES 法同时测定烟草中 16 种元素[J]. 理化检验(化学分册), 2001, 37(11): 510—511.
- [2] 陈超子, 田晓娅 ICP-AES 同时测定植物中 18 种元素的方法研究[J]. 光谱实验室, 1993, 10(6): 4—8
- [3] 贺与平, 陈金素 ICP-AES 法同时测定螺旋藻中 Ca、Mg、P、Fe、Cu、Mn、Zn[J]. 光谱实验室, 1999, 16(6): 663—666
- [4] 曾宪津, 李秋莹, 刘春兰等 生物样品的微波酸消解电感耦合等离子体原子发射光谱多元素同时分析[J]. 分析化学, 1991, 19(5): 605
- [5] 张承聪, 吴玉萍, 杨金辉等 烟草中多种元素的 ICP-AES 分析[J]. 云南大学学报, 2000, 22(6): 453—456

ICP-AES Determination of Multi-Elements in Tobacco Extracted with Ultrasonic

WU Yu-Ping LI Tian-Fei LI Qiong-Zhen WANG Dong-Dan YANG Jin-Hui
(Key Laboratory of Biotechnology, Yunnan Academy of Tobacco Science, Kunming 650106, P. R. China)

Abstract

The multi-elements in tobacco samples extracted by ultrasonic were determined by ICP-AES. The good results were achieved by this method for K, Ca, Mg, B, Zn, and the measured values of P and Mn were slightly low. This method is simple, fast and safe. It was suitable to determine multi-elements in large quantities of tobacco sample. The results are consistent well with those obtained by acid-digestion (system of HNO₃ and HClO₄). The tobacco standard samples of GBW 08514 and GBW 08515 were determined by this method, and the determined values agree with the standard value.

Key words Ultrasonic Extract, ICP-AES, Tobacco, Multi-Elements