盐酸浸提-电感耦合等离子体发射光谱法测定烟草中的多元素

吴玉萍 * 王东丹 李琼珍 杨金辉
(云南烟草科学研究院生物技术重点实验室,昆明 650106)

摘 要 研究了用 5 mol/L 盐酸煮沸提取烟叶中的部分金属元素,用 ICP-AES 测定浸提液,K、Ca、Mg、Cu、B、Ba、Zn 获得了较满意的结果,P、Fe、Mn 的测定结果稍微偏低。此方法操作简便、快速安全,特别适合大批量烟草样的快速检测。与硝酸-高氯酸湿消化法进行对照,结果吻合得较好。并测定了国家烟草标准样品 GBW08514 和 GBW08515,其结果与标准值相符。

关键词 电感耦合等离子体发射光谱法,盐酸浸提,烟草,多元素测定

1 引 言

K、P、Mg 等元素是烟草的基本元素或重要的功能元素,影响着烟叶的内在化学成分协调及烟叶的可用性。因此,检测烟草中矿质元素含量,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种植,同时也是正确评价烟叶品质的必要指标。烟草多元素分析通常采用硝酸-高氯酸湿消化法处理样品,ICP-AES 测定,此法存在着试剂用量大、环境污染大、费时等缺点,本文建立了 5mol/L 盐酸煮沸处理烟草样品,ICP-AES 测定的方法,结果较为满意。

2 实验部分

2.1 仪器及工作条件

DRE/ Echelle 直读中阶梯光栅 ICP 发射光谱仪(美国 Leeman Labs 公司)。功率:1.1 kW,冷却气:18 L/ min,辅助气:0.4 L/ min,雾化器压力:345kPa,样品提升量:1.3 mL/ min。观察位置:端视采用 Mn1 线,侧视采用 Fe 2 线进行光源最佳位置调整 。

2.2 试剂及标准溶液

分析纯盐酸;优级纯高氯酸;分析纯硝酸;K、Ca、Mg、Fe、Mn、Cu、P、Ba、Zn、B 的基准试剂由国家钢铁材料测试中心提供(1000 mg/ L)。

根据标准溶液的性质与测定需要,用单元素标准贮备液分两组配制成多元素混合标准溶液,分组元素及各元素质量浓度见表 1。标准空白:2 %盐酸溶液。

表 1 多元素混合标准溶液分组表(mg/ L) (Ψ(HCl) = 2 %)
Table 1 The mixed standard solutions of multielements (mg/ L) (Ψ(HCl) = 2 %)

元 素 Element	K	Ca	Mg	P	Mn	Cu	Zn	Fe	Ba	B
混标 1 Mixed standard solution 1	10.0	5.0	1.0	5.0	0.5	0.5	1.0	0.5	0.5	
混标 2 Mixed standard solution 2	30.0	40.0	10.0	20.0	2.0	1.0	2.0	10.0	1.0	1.0

2.3 样品处理

2.3.1 盐酸煮沸浸提 称取 40 ℃烘干并粉碎过孔径为 0.45 mm 孔的烟样 0.5 g 置于 150 mL 三角瓶中,加 5 mol/ L 盐酸 25 mL,放上小漏斗,加热微沸 20～25 min,稍冷,用二次蒸馏水(约 35 mL)冲洗,再微沸 20 min(约剩 10～15 mL),冷却过滤于 50 mL 容量瓶中,用 0.5 mol/ L 盐酸洗三角瓶和滤渣数次,定容后摇匀待测。每个供试样品重复 10 次。同法制备烟草标准样 GBW08514 和 GBW08515(由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。

2.3.2 硝酸-高氯酸消化法 称取上述烟样 0.5 g 置于 150 mL 三角瓶中,加 10 mL 硝酸和 2 mL 高氯酸,

2001-04-20 收稿;2001-10-15 接受

© 1995-2005 Tsinghua Tongfang Optical Disc Co., Ltd. All rights reserved.

放上小漏斗,浸泡过夜,置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,用二次蒸馏水冲洗瓶壁,加入 2 mL 1∶1 盐酸,并微热溶解结晶物,冷却后定容至 50 mL 容量瓶中。将消解液分别取 5 mL 稀释 10 倍供 ICP-AES 测定 K、Ca、Mg。

3 结果与讨论

3.1 方法精密度和元素回收率实验

2 种样品处理方法测定值的比较见表 2,盐酸浸提法对所测元素的测量精度与传统的湿法消化相比较是较高的,各种元素的相对标准偏差都在 1.71 %～6.98 %之间。此外由表 2 还可以看出除 P、Fe 和 Mn 外,其它 7 种元素的 t 值均小于 $t_{0.05,18}$ ($t_{0.05,18}$ = 2.101),说明两种样品处理方法对该 7 种元素的浸提不存在显著差异,没有系统误差。本实验对表 2 中元素进行了标准加入回收实验,各种元素的回收率在 93.4 %～109.2 %之间,符合化验分析的要求。

表 2 2 种样品制备方法的比较(n = 10)

Table 2 Comparison between two sample preparation methods (n = 10)

元 素 Element	盐酸浸提 Extracted with 5 mol/L HCl		酸消化 Dissolved by acid		t 值 t Values
	平均值 Average	RSD (%)	平均值 Average	RSD (%)	
K	2.24	1.71	2.22	2.43	1.69
Ca	1.74	4.47	1.75	3.48	0.97
Mg	0.411	3.46	0.414	3.89	1.16
P	0.136	4.45	0.149	3.02	6.35
Cu	3.98	4.02	4.10	4.18	1.62
Fe	328	3.64	360	4.38	5.52
Mn	197	3.22	214	2.20	8.87
B	35.1	2.81	32.2	3.67	1.24
Ba	25.5	3.25	25.2	4.03	0.77
Zn	14.7	6.98	14.2	7.11	0.43

注(note):K、Ca、Mg、P 单位为 %,其余元素单位为 μg/g(the unit of K, Ca, Mg, P: %; the others: μg/g)

3.2 烟草标准分析结果和准确度

从表 3 中可以看出用盐酸煮沸浸提,ICP 测定 K、Ca、Mg、Cu、Zn 和 B 6 种元素的值与标准值基本吻合,P、Fe、Mn 的值稍偏低,(标准样中无其它元素的值,故表中未列出)。说明盐酸煮沸浸提法测定烟草中 K、Ca、Mg、Cu、Zn、B 6 种元素是准确、可行的。对 P、Fe、Mn 稍偏低,这与何承顺[1]测定的结果不尽相同,可能是此 3 种元素在烟草植物中部分以较稳定的有机态存在,使其不能浸提完全。盐酸浸提法所用试剂量较酸消化法少,其不仅节约了试剂,环境污染较小,简化了样品处理过程,而且各元素的空白值都明显低于酸消化法,提高了测定精密度。浸提液用 ICP-AES 测定,能够满足烟草中上述元素测定的精度和准确度,同时该方法能够快速、简便地完成多种元素含量同时测定,适用于烟草样品上述元素的快速检测。

表 3 烟草标准样盐酸浸提与标准值对照表

Table 3 Analytical results of standard tobacco sample from its HCl extract

元 素 Element	GBW08514 测定值 Found		标准值 Certified	GBW08514 测定值 Found		标准值 Certified
	平均值 Average	RSD (%, n = 6)		平均值 Average	RSD (%, n = 6)	
Ca	3.06	2.15	3.00 ±0.08	4.25	3.37	4.30 ±0.14
Mg	0.49	3.49	0.51 ±0.02	0.72	2.71	0.74 ±0.04
K	2.40	2.22	2.39 ±0.10	3.33	3.38	3.31 ±0.12
P	0.205	4.23	0.229 ±0.014	0.237	4.26	0.258 ±0.015
Mn	85.9	4.15	93.9 ±3.4	208.4	3.13	236 ±12
Cu	15.8	5.75	16.4 ±2.4	16.61	5.18	17.4 ±1.4
Zn	30.3	6.33	28.6 ±2.0	35.5	5.97	36.2 ±3.0
Fe	896.6	4.21	962 ±60	898.9	4.11	966 ±64
B	23.3	5.72	22.0 ±1.8	43.7	4.25	41.6 ±2.2

注(note):K、Ca、Mg、P 单位为 %,其余元素单位为 μg/g(the unit of K, Ca, Mg, P: %; the others: μg/g)

© 1995-2005 Tsinghua Tongfang Optical Disc Co., Ltd. All rights reserved.

References

1　He Chengshun(何承顺). *Bulletin of Instrumental Analysis*(分析测试通报), **1991**,10(1):67～71

Determination of Some Metal Elements from the HCl Lixivium of Tobacco by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry

Wu Yuping*, Wang Dongdan, Li Qiongzhen, Yang Jinhui

(Key Laboratory of biotechnology, Yunnan Academy of Tobacco Science, Kunming 650106*)*

Abstract　The methods for the lixiviation of tobacco sample with 5 mol/L HCl and determination of some metal elements with inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry were studied. The good result was achieved by the method for the determination of K, Ca, Mg, Cu, B, Ba, Zn, but the measured values of P, Fe, Mn were low silightly. This method was simple, fast and safe. The measured results of this method correspand with the method of digested by HNO_3-$HClO_4$. The method has been applied to the analysis of tobacco standard samples GBW08514 and GBW08515, the determined values were in agreement with the standard values.

Keywords　Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry, lixiviation, tobacco, multi-element determination

(Received 20 April 2001; accepted 15 October 2001)

中国化学会第八届多元络合物应用学术会议征文通知

中国化学会第八届多元络合物应用学术会议,定于 2002 年 6 月中旬在广西桂林市召开。会议由广西师范大学承办。主题为:多元络合物的最新发展及应用前景。现将会议征文事项通知如下:

一、征文内容

(1)有关多地络合物研究的新理论,新技术和新方法等方面的原始论文及综述。(2)多元络合物在化学分析和各种仪器中的最新应用。(3)多元络合物在生命科学,环境科学及材料科学研究中的应用。(4)多元固体络合物的合成,晶体结构及性质研究。

二、征文要求

(1)应征论文是在国内外刊物及学术会议上尚未发表的研究成果。(2)应征论文请按正式出版物(广西师范大学学报)格式书写,经专家评审后,将由广西师范大学学报(自然科学版)正式出版。(3)应征论文请于 2002 年 4 月 10 前,寄送广西桂林市广西师范大学化学化工系,赵书林 收(邮编 541004),并同时交附软盘,作者请自留底稿。论文也可直接用电子邮件发送(e-mail 地址为:chem @mailbox. gxnu. edu. cn)。

欢迎有关仪器厂商参加,具体事宜请与会议筹备组直接联系。电话:0773-5846279

中国化学会第八届多元络合物应用学术会议筹备组

© 1995-2005 Tsinghua Tongfang Optical Disc Co., Ltd. All rights reserved.