

火焰原子吸收法测定烟草中的钾

毛志瑛

(常州市环境监测中心站, 江苏 常州 213001)

摘 要 烟草用硝酸和高氯酸消解, 用火焰原子吸收法测定烟草中的钾。

关键词 烟草 钾 原子吸收光谱法

钾是影响烟叶品质的重要元素之一, 它与烟叶的燃烧性、香气味及烟草制品安全性有关。烟草中的有机钾能有效地提高烟叶的可燃率和阴燃的持火能力, 降低烟叶燃烧时的温度, 减少烟气中的焦油量及其它有害物质, 可提高烟叶制品吸食的安全性。近年来, 国际上许多国家的专家对烟叶中的有机钾含量与焦油释放量的关系进行了大量的研究, 结果表明“烟叶中的有机钾含量与其焦油含量呈负相关”, 即在一定范围内, 提高烟叶中有机钾的含量, 可以有效地降低其焦油释放量。有些国家在实际生产中已采用了上述研究成果, 取得了一定的降焦效果。如在卷烟配方中添加有机钾盐(如苹果酸钾等), 与焦油量的关系进行一系列试验研究, 获得了显著效果, 若加入苹果酸钾后可以降低焦油量, 消除部分刺激性和杂气, 还可以改善卷烟的香气和气味。Leymonie 和 Etourneaud 提出优质烟叶最低钾含量应达到 2%, 美国、津巴布韦等国的烟叶钾含量大多在 2.5% 以上, 而我国北方烟区烟叶由于土质的关系, 很少超过 2%。较低的烟叶钾含量一直困扰着我国的烟草生产, 成为进一步提高烟叶质量的主要限制因素之一。烤烟钾素营养研究的焦点是如何有效提高烟叶钾含量, 这是我国烟草生产上急需解决的一项重要技术难题, 因此, 烟草中的钾的分析显得尤为重要。

1 实验部份

1.1 仪器与材料

仪器为 TAS - 986 火焰原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)

钾的空心阴极灯, MA 110 电子分析天平。

1.2 实验条件

火焰原子吸收分光光度计测试钾灵敏度较高, 标准曲线最高点到 0.6mg/L, 此时对应的吸光度已达 0.7 以上。由于烟草中的钾的含量较高, 用 TAS - 986 火焰原子吸收分光光度计进行分析时, 首先要考虑的是降低仪器的灵敏度, 将燃烧头放在垂直位置, 调节燃气比和通带宽度, 以确保烟草中的钾的测试。实验条件见表 1:

表 1 火焰原子吸收光谱法测定钾的条件

波 长 (nm)	766.5
灯 电 流 (mA)	2.0
光谱带宽 (nm)	0.2
C ₂ H ₂ 流量 (L/min)	1.7
Air 流量 (L/min)	7.0
背景校正	自吸方式

1.3 试剂

硝酸, 高氯酸, 硝酸铯, (全部为优级纯)

1.00g/L 钾标准储备液: (中国环境监测总站)

钾标准溶液: 用 1.00g/L 钾标准储备液逐级稀释成 100.0mg/L 的标准使用液;

1.4 测定

1.4.1 样品的采集

将选定的烟草样品粉碎捣匀后,用四分法选取,在 MA 110 电子分析天平上称取 0.1g 左右(准确至 0.0001g)。

1.4.2 样品的预处理

将称取的样品置于 250ml 锥形瓶中,加入少量的蒸馏水将样品浸湿,再加入 10mL 浓硝酸,盖上表面皿,在电热板上加热煮沸(150℃左右),如样品为棕黄色,加入适量的浓硝酸加热,直到颜色趋淡、硝酸挥发近干时,加入 2mL 的高氯酸加热,直到冒白烟近干,冷却,用 5mL 去离子水洗涤表面皿,继续加热,将酸挥发干,稍冷,再沿杯内壁加入离子水洗涤,转移至 100mL 容量瓶中定容后放入聚乙烯瓶中保存待测,(消解后的样品是清澈透明无色的)同时作试剂空白。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

火焰原子吸收光度法测钾灵敏度较高,为降低其灵敏度,将燃烧头转 90 度,并调整燃气比,制作 0—25 mg/L 的标准曲线,结果见表 2。

表 2 钾的标准曲线

浓度 mg/L	0.00	5.00	10.0	15.0	20.0	25.0
吸光度	0.001	0.181	0.353	0.502	0.638	0.724

2.2 扣背景实验

使用 TAS-986 火焰原子吸收分光光度计,该仪器带有自吸扣背景方式,在其他条件不变、扣背景方式下,制作 0—25 mg/L 的非线性标准曲线,结果见表 3。

表 3 自吸扣背景方式钾的标准曲线

浓度 mg/L	0.00	5.00	10.0	15.0	20.0	25.0
吸光度	0.000	0.044	0.088	0.156	0.205	0.231

拟合的非线性标准曲线回归方程为: $C = 1755.091A^3 - 573.84A^2 + 141.27A - 0.0672$ 相关系数为 0.9980。

2.3 空白实验

将少量的蒸馏水放在 250ml 锥形瓶中,加同样量的浓硝酸和高氯酸与样品一起进行预处理,经过实验,同样批号的硝酸和高氯酸空白波动很小,12 只全程序空白的标准偏差为 0.0138。

2.4 方法的精密度

烟草样品按前述方法采集后,分别称取六份,做方法的精密度实验,几个品牌的香烟的烟草的分析结果如下:

表 4 烟草中的钾的含量精密度分析

样品序号	含量 (%)	标准偏差
1	1.54	0.0098
2	1.48	0.0120
3	3.61	0.0159
4	1.49	0.0197
5	1.67	0.0069

2.5 方法的准确度

取上述 5 只样品做方法的准确度实验,用直接测定法和标准加入法进行分别测试,结果如下:

表 5 烟草中的钾的含量准确度分析

样品序号	直接测试法	标准加入法
1	1.54	1.61
2	1.48	1.46
3	3.61	3.54
4	1.49	1.51
5	1.67	1.78

由上表可见,由于采用了自吸扣背景,两者差异不是太大。

2.6 方法检出限

以扣除空白值后的吸光度为 0.01 相对应的浓度值作为检出限,称样量以 0.1g 计,预处理后定容至 100mL,方法检出限为 0.1%。

参 考 文 献

- [1] 孙汉文著,《原子吸收光谱分析技术》,中国科学技术出版,1992 年
- [2] 威尔茨 著 [西德] 学习吸收光谱法,地质出版社,1985
- [3] 邱得仁编著,《原子吸收光谱分析》,复旦大学出版社,2001 年