

乙酸浸提-原子吸收光谱法 测定烟草中的镁元素^①

吴玉萍 李应金 方敦煌 邓建华 杨宇虹 邵岩^②

(云南省烟草科学研究所 云南省玉溪市聂耳路 47 号 653100)

摘要 烟叶中的镁元素用乙酸萃取、原子吸收光谱法测定, 并与行业标准方法 YC/T 175-2003 进行比较, 结果发现乙酸萃取-原子吸收法与行业标准法测定的数据吻合。同时对国家烟草标准物 GBW 08514、GBW 08515 及茶叶标准物 GBW 08513 进行测定, 证明其测定数据与标准值相符。此方法把烟草中的镁、水溶性糖、烟碱及氯离子的处理方法有机地结合在一起, 使烟草中镁的检测变得简单、快速; 且方法污染小、操作简便, 适合大批量烟草样品中镁的快速检测。

关键词 烟草, 镁, 乙酸浸提, 原子吸收光谱法。

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2006)05-0997-04

1 前言

镁元素是烟草重要的功能元素之一, 是叶绿素的重要组成成分, 在烟草的生长发育过程中起着重要作用, 也是正确评价烟叶品质的必要指标之一。行业标准中烟草镁的分析方法为干灰化法处理样品^[1], 实际分析中也有用硝酸-高氯酸湿消化或盐酸提取、ICP-AES 或原子吸收分光光度法测定^[2-4], 前两种方法环境污染较大, 样品处理较繁琐、费时, 后一种方法可对一些元素进行检测, 不能与烟草中常常需要检测的水溶性糖、烟碱和氯离子有机地结合。因此, 本文用 6% 乙酸浸提处理烟草样品, 滤液用原子吸收光谱法测定, 使烟草中镁的检测简单、快速, 且结果较为满意, 具有一定的实用价值; 同时能将镁提取与烟草中水溶性糖^[5]、烟碱^[6]和氯离子^[7]的处理方法有机地结合在一起。

2 材料与方法

2.1 仪器、工作条件

AAAnalyst 300 原子吸收光谱仪(美国 Perkin Elmer 公司);

检测条件: 空气流量 10L/min, 乙炔流量 2L/min; 检测波长: 285.2nm; 检出限: 0.02mg/L。

P270 普通摇床(中国科学院武汉科学仪器厂), 速度 180r/min。

2.2 试剂及标准溶液

盐酸, 分析纯; 乙酸, 分析纯; 镁基准试剂由国家钢铁材料测试中心提供(1000 μ g/mL), 用此标准贮备液, 配制成浓度为 0、1、2、4、6、8 μ g/mL 的标准溶液系列, 介质为 6% 乙酸。

① 项目来源: 云南省烟草公司资助项目(05-17)

② 联系人, 电话: (0877) 2052442; (0877) 2056537; E-mail: ypwu@yntsti.com; shaoyan@yntsti.com

作者简介: 吴玉萍(1974—), 女, 云南省红河州建水县人, 助理研究员, 从事光谱和色谱仪器分析工作。

收稿日期: 2006-05-12; 接受日期: 2006-06-14

2.3 样品处理

2.3.1 乙酸浸提

准确称取 40℃ 烘干、粉碎、过 0.45mm 筛的烟草样品 0.3g, 置于 150mL 三角瓶中, 加入 6% 乙酸 50mL, 塞上橡皮塞, 在摇床上振荡浸提 30min, 用定性滤纸过滤, 弃去前几毫升滤液, 收集后续滤液作分析用。每个供试样品重复 5 次。同法制备烟草标准样品 GBW 08514 和 GBW 08515 及茶叶标准样品 GBW08513(标准样品由国家标准物质研究中心提供)。分别取浸提液 5mL, 稀释 10 倍, 供原子吸收光谱仪测定镁; 原液供连续流动分析仪检测烟草中的水溶性糖、烟碱和氯离子。

2.3.2 干灰化法

依据文献[1]处理样品, 用原子吸收光谱仪测定镁。

3 结果与分析

3.1 样品处理的条件选择

3.1.1 振荡时间和浸提温度的影响

对浸提时的温度和振荡浸提的时间做了探索。结果表明, 振荡时间在 20min 后基本不影响浸提效果(图 1), 浸提温度在 20—25℃ 之间时浸提效果较稳定(图 2); 综合水溶性糖、烟碱、氯等其他项目的测定, 选用振荡时间为 30min, 浸提温度为 20—25℃ 较合适。

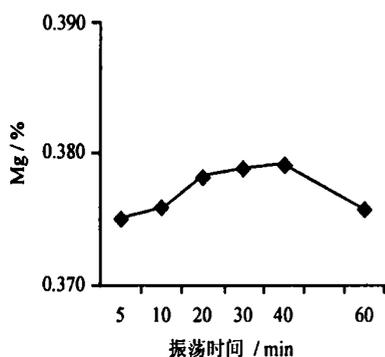


图 1 振荡时间对镁的影响

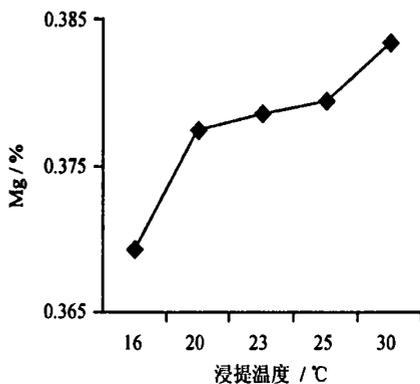


图 2 浸提温度对镁的影响

3.1.2 浸提液浓度的影响

用不同浓度的乙酸提取烟草中的镁, 检测时要求标准溶液介质与提取液介质相一致, 若介质不一致, 则偏差较大。结果表明, 6% 以上乙酸浓度, 可将样品中的镁提取完全, 故选用 6% 的乙酸作为提取液。

3.2 不同样品处理方法测定的精密度和准确度试验

对 7 个烟草样品用乙酸萃取法和干灰化法 2 种前处理方法进行了 5 次平行样测定, 测定结果见表 1, 与标准的干灰化法相比, 乙酸浸提法对测定镁元素的测量精度是较高的, 其相对标准偏差都在 0.55%—3.53% 之间。对两种样品处理方法测定值作统计分析, 即用配对设计、两尾检验(t 值), 可以看出其 t 值小于 $t_{0.05, 6}$ ($t_{0.05, 6} = 2.447$), 说明两种样品处理方法对镁元素的测定差异不显著, 系统误差小。通过对烟草和茶叶标准样品的测定, 可以看出用乙酸浸提、原子吸收光谱法测定镁

元素的值与标准值相吻合。

表 1 测定镁的处理方法比较

(n=5)

样品编号	Mg(%) - 乙酸萃取法		Mg(%) - 干灰化法		标准值(%)
	平均值	RSD(%)	平均值	RSD(%)	
GBW08513	0.273	1.52	0.279	2.11	0.276±0.025
GBW08514	0.501	0.92	0.496	0.91	0.51±0.02
GBW08515	0.722	2.39	0.735	3.54	0.74±0.04
1#	0.384	0.55	0.386	0.77	
2#	0.386	0.89	0.381	1.78	
3#	1.010	1.49	1.000	3.53	
4#	1.251	3.53	1.318	5.12	
t 值	0.905				

3.3 回收试验

对镁元素进行了不同量的标准加入回收试验,回收率在 94.2%—101.5% (表 2)。

4 讨论

本实验对过滤后的溶液用连续流动法检测了烟碱、水溶性糖和氯离子,结果表明 6%—10% 的乙酸溶液与 5% 的乙酸溶液检测结果是一致的,而镁的萃取需要乙酸溶液浓度大于 6%,故本方法用 6% 的乙酸溶液作为浸提液,在检测烟草中的水溶性糖、烟碱和氯离子时,将溶液稀释后检测镁元素。

乙酸浸提法不同于强酸湿法消化,不能彻底分解有机物,只是从植物组织中把被测元素萃取出来,所以方法精密度较高,人为误差较少,对样品处理人员要求不高,同时该方法能够快速、简便地完成批量样品镁元素的测定。

参考文献

- [1] 中华人民共和国烟草行业标准. 烟草及烟草制品 镁的测定 原子吸收法[S]. YC/T 175-2003. 北京: 中国标准出版社, 2003. 1—2.
- [2] 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.
- [3] 吴玉萍, 李天飞, 李琼珍等. 超声波提取-ICP-AES 法测定烟草中矿物元素[J]. 光谱实验室, 2002, 19(4): 508—511.
- [4] 吴玉萍, 王东丹, 李琼珍等. 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[J]. 分析化学, 2002, 30(3): 315—317.
- [5] 中华人民共和国烟草行业标准. 烟草及烟草制品 水溶性糖的测定 连续流动法[S]. YC/T 159-2002. 北京: 中国标准出版社, 2002. 1—2.
- [6] 中华人民共和国烟草行业标准. 烟草及烟草制品 总植物碱的测定 连续流动法[S]. YC/T 160-200. 北京: 中国标准出版社, 2002. 1—2.
- [7] 中华人民共和国烟草行业标准. 烟草及烟草制品 氯的测定 连续流动法[S]. YC/T 162-2002. 北京: 中国标准出版社, 2002. 1—2.

Determination of Magnesium in Tobacco by AAS with Acetic Acid Extraction

WU Yu-Ping LI Ying-Jin FANG Dun-Huang DENG Jian-Hua YANG Yu-Hong SHAO Yan
(Yunnan Tobacco Research Institute, Yuxi, Yunnan 653100, P. R. China)

Abstract Mg element in tobacco was extracted by acetic acid and determined by AAS. The results are identical with those obtained by the method of tobacco standard YC/T 175-2003. For standard samples GBW 08514, GBW 08515 of tobacco and GBW08513 of tea determinations, the results are in accordance with the standard values. The processing of this method can be combined with water soluble sugar, nicotine and chloride, making the determination of magnesium in tobacco simple, brief, fast and safe. This method is suitable for the determination of Magnesium in large quantities of samples.

Key words Tobacco, Magnesium, Acetic Acid Extraction, AAS.

本刊论文发表的正常周期: 2—8 个月

——您的发明创造得到“优先权”荣誉的必要保障

缩短论文发表周期,是尽早实现学术论文的社会效益的前提,也是作者创造性劳动得到尊重、为其在世界上取得“优先权”荣誉的必要保障,因为发明创造的“优先权”通常是以出版时间为准的。因此,本刊在严格保证质量的条件下,把尽快发表作者的论文,视为自己的神圣职责。

来稿要符合“《光谱实验室》投稿须知”(见本刊 1994—2003 年每年第 1 期)、特别是其中第 4—7 项要求,做到“齐、清、定”(“齐”即全稿包括表、图和照片等齐全,符合本刊对稿件的各项要求;“清”即书写清楚,段落分明,便于排版和校对;“定”即做到稿件内容完整,在排校过程中无须增删修改)是保证论文质量不可缺少的条件。如果您希望论文早日发表(如 2—8 个月),请务必按“须知”写稿。

如果来稿附有同行专家评语及单位推荐信,论文还可以更快发表(0.5—2 个月)。

来稿请用 Word 或北大方正排版,用电子邮件发到本部电子信箱[E-mail: 1) gpsys@263.net; 2) gpsys81@citiz.net; 3) gps@chinajournal.net.cn; 4) gpsys@periodicals.net.cn]。为避免某一电子信箱的服务器发生故障而延误收稿,建议作者向本刊几个信箱同时发送电子邮件,并请作者发了邮件后,打电话通知编辑部,以便及时查询;在尚未开通电子邮件业务的情况下,作者也可向本刊投稿处直接邮寄纸质稿件两份。稿件邮寄地址:北京市 81 信箱 66 分箱(《光谱实验室》编辑部联络处 刘建林, 100095)。

本刊收到作者来稿后,都会及时(1—3 日)回信,并发出“关于收到稿件的通知”。因此,作者发送稿件后 10 日以上都没有消息,一定要及时来电查询。

一篇论文出版,常常需要反复沟通“作者→编辑部→审者→编辑部→作者”之间的联系,其中与作者的联系是最重要的一环,一旦脱节,必然中断编辑过程。因此作者来稿时,务必将联系人的详细地址、办公室和家中的电话、手机号码、传真号码和电子信箱等(通讯方式要尽可能全)告诉编辑部,以便能与您及时联系。否则,由此而耽误出版由作者自己负责。

《光谱实验室》编辑部