

用连续流动分析法测定烟草中的钙

章平泉¹, 俞京², 杜秀敏¹, 金岚峰¹

(1.江苏中烟工业有限责任公司淮阴卷烟厂品质管理处, 江苏 淮安 223002;

2. 江苏中烟工业有限责任公司技术中心淮阴工作站, 江苏 淮安 223002)

摘要: 采用流动分析仪测定烟草中钙的含量, 并进行重复性和回收率的测定。结果表明, 测试样品的变异系数均在 3% 以内, 具有较好的重复性, 平均回收率达到 100.98%, 说明该方法具有一定的可行性。

关键词: 烟草; 连续流动分析; 钙

中图分类号: TS411

文章编号: 1007-5119(2009)06-0018-03

DOI: 10.3969/j.issn.1007-5119.2009.06.005

Determination of Calcium Content in Tobacco by Continuous Flow Analysis Method

ZHANG Pingquan¹, YU JING², DU Xiumin¹, JIN Lanfeng¹

(1. Quality Management Department of Huaiyin Cigarette Factory, China Tobacco Jiangsu Industrial Ltd. Co., Huaian, Jiangsu 223002, China; 2. Huaiyin Station, Technology Center of China Tobacco Jiangsu Industrial Ltd. Co., Huaian, Jiangsu 223002, China)

Abstract: We explored a method for the determination calcium content of tobacco by using continuous flow analyzer and studied on the repeatability and recovery. The results showed that the method had good reproducibility. The variation coefficient was less than 3% and the average recovery reached 100.98%.

Keywords: tobacco; continuous flow analysis; calcium

钙是烟草中重要的微量元素, 其含量高低对烟叶品质影响较大^[1]。目前, 钙的测定主要有分光光度法^[2]、ICP-AES^[3]、微波消化-原子吸收法^[4]、火焰原子吸收光谱法^[5]、微波等离子体炬原子发射光谱(MPT-AES)^[6]等, 而烟草钙的测定主要是原子吸收法^[7-8]。笔者首次采用连续流动分析仪对烟草中的钙含量测定方法进行了研究, 其原理是在一定碱性条件下, O-邻甲酚酞络合酮与烟草溶液中 Ca^{2+} 螯合成紫红色的可溶性物, 同时在试剂中加入一定量的 8-羟基喹啉除去 Mg^{2+} 干扰, 于 570nm 波长下测定^[9], 由于所生成的紫红色螯合物的吸光度与样品中的钙浓度成正比关系, 故可据此测定钙含量。

1 材料与方法

1.1 材料和仪器

1.1.1 主要试剂及配置 磷酸二氢钾、盐酸、8-羟基喹啉(AR, 国药集团化学试剂有限公司), O-邻甲酚酞络合酮(AR, 天津光复精细化工研究所)、碳酸钙(基准物质, 上海山浦化工有限公司)、氨甲基丙醇(AR, 简写 AMP, Fluca 公司)和 30% 聚乙氧基月桂醚溶液(30% Brij-35, 德国布朗卢比公司)。

缓冲溶液: 称取 27.2 g 磷酸二氢钾, 用去离子水定容到 1000 mL, 加 1 mL 30% Brij-35; 络合试剂: 将 10 mL 浓盐酸加至 200 mL 去离子水中, 加入 2.5 g 8-羟基喹啉, 搅拌溶解, 加 0.112 5 g O-邻甲酚酞络合剂, 稀释至 1 000 mL 并混合均匀, 最后加入 2 mL 30% Brij-35。

1.1.2 仪器 AA3 连续流动分析仪(德国布朗卢比公司); 电子天平 AE200(感量: 0.000 1 g, 瑞士

作者简介: 章平泉, 男, 工程师, 主要从事烟草化学分析研究。E-mail: pinquion@yahoo.com.cn

收稿日期: 2008-07-14

Mn, Al 等, 其含量都较低。试验发现, 在所选定 8-羟基喹啉试验浓度下, 未达到干扰测定的质量浓度, 同时进一步加大 8-羟基喹啉浓度, 也会减少 Ca^{2+} 显色后吸光度^[10], 故排除这些元素的干扰。

2.3 重复性试验

对同一个样品进行 5 次重复测定, 计算标准偏差和变异系数, 结果列于表 1。各样品的变异系数均在 3% 以内, 该方法具有较好的重复性。

2.4 回收率测定

采用 1.2 方法分别对各烟样进行处理, 定容至 100 mL, 依据钙含量高低取适当体积的试液, 分成 2 份, 1 份加入钙标准溶液, 1 份不加, 按照试验条

件进行钙回收率测定, 结果见表 2。所有样品均有较好的回收率, 但烤烟和白肋烟的回收率相对好于香料烟, 平均回收率 100.98%。

表 1 重复性测试结果
Table 1 The result of repeatability %

样品	钙含量					标准偏差	变异系数	
	1	2	3	4	5 平均			
烤烟X2F	3.65	3.59	3.63	3.61	3.55	3.61	0.04	1.07
烤烟C3F	2.26	2.17	2.21	2.23	2.13	2.20	0.05	2.32
烤烟B2F	1.42	1.49	1.40	1.46	1.48	1.45	0.04	2.67
白肋烟B2F	4.34	4.27	4.39	4.26	4.38	4.33	0.06	1.40
香料烟A2	4.15	4.11	4.18	4.09	4.13	4.13	0.03	0.85

表 2 回收率测试结果
Table 2 The result of recovery

样品	原含量/mg	加入量/mg	测试值/mg	回收率/%	平均回收率/%
烤烟X2F	2.713 5	0.570 1	3.298 2	102.57	100.98
烤烟C3F	2.160 2	0.440 1	2.595 2	98.83	
烤烟B2F	2.687 1	0.680 1	3.372 3	100.74	
白肋烟B2F	3.793 2	0.690 1	4.480 0	99.53	
香料烟A2	3.642 3	0.880 9	4.551 7	103.24	

3 结 论

采用连续流动分析仪进行烟草中钙含量的测试, 重复性好, 回收率高, 操作简便, 具有一定的实用性价值。但采用干法灰化前处理方法, 耗时较长, 对大量分析测定具有一定的制约性, 因此, 有必要对样品的前处理方法进行进一步研究, 便于适合大批量的分析测试, 这是今后的研究重点。同时该方法测试对玻璃仪器的洁净度有很高的要求, 试验前必须采用一定措施对玻璃器皿进行严格的浸泡、清洗和烘干, 以排除钙离子的干扰, 或者采用塑料容器, 以便减少测试过程中的污染。

参考文献

- [1] 左天觉. 烟草的生产、生理和生物化学[M]. 上海: 上海远东出版社, 1993: 209.
- [2] 黄庆斌, 李明, 李海涛, 等. 分光光度法测定烟草样品中的钙[J]. 光谱实验室, 2004, 21 (4): 766-768.
- [3] 周建英, 涂明泉, 熊玉祥, 等. ICP-AES 法同时测定土

- 壤中交换性钙、镁、钾和钠[J]. 资源环境与工程, 2007(4): 486-488.
- [4] 胡秋芬, 张艳宏, 王森, 等. 微波消化-原子吸收法测定卷烟中的钾、钠、钙、镁、铜、铁、锌、铅的研究[J]. 玉溪师范学院学报, 2007 (3): 48-52.
- [5] 郝桂霞, 黄海平. 火焰原子吸收光谱法测定芥蓝中钙、镁、铜和铁[J]. 化工时刊, 2007 (6): 42-43.
- [6] 张金生, 赵爽, 李丽华, 等. 微波消解-MPT-AES 法测定海带中钙和锌[J]. 石油化工高等学校学报, 2006 (3): 41-44.
- [7] 吴名剑, 高艺, 蒋新宇, 等. 火焰原子吸收光谱法测定烟草中的钙[J]. 光谱实验室, 2002, 21 (4): 796-799.
- [8] 中国烟草总公司青州烟草研究所. YCT 174—2003 烟草及烟草制品 钙的测定 原子吸收法[S]. 北京: 中国标准出版社: 2003.
- [9] 薛丽云. 邻甲酚酞络合酮法测定血清总钙的方法评议[J]. 中国校医, 2005, 19(4): 403-404.
- [10] 蒋仁礼. 用 AMP 缓冲液作 OCPC 法测定血清总钙的实验探讨[J]. 临床检验杂志, 1986, 4(2): 76.

(责任编辑 王 颖)