

文章编号 :1003-8701(2009)03-0061-04

摩尔法测定烟叶氯含量的前处理方法改进初探

张 燕¹, 孙丽蓉^{1,2}, 巩永凯¹, 王 豹¹, 龙怀玉^{1*}

(1. 中国农业科学院农业资源与农业区划研究所, 北京 100081; 2. 湖南农业大学资源与环境学院, 长沙 410005)

摘 要: 根据氯元素在烤烟烟叶中的存在形态, 对常规测定方法的前处理方法进行了改进, 通过试验发现: 当烟叶样品质量不超过 0.500 0 g 时, 以 25 mL 0.2 mol·L⁻¹ H₂SO₄ 溶液在 25℃ 对烟叶浸提 20 min, 同时添加与样品质量相当的活性炭对其脱色, 可以得到透明清澈的待测液。该方法的氯元素回收率为 101.4%~102.6%, 准确度符合测定要求, 与常规方法相比, 不仅测定用时短、操作简便, 还可明显节约费用, 便于普及应用。

关键词: 氯; 烟叶; 测定

中图分类号: S572

文献标识码: A

Studies on Improvement of the Pre-treatment Method for Determining Chlorine in Tobacco Leaves

ZHANG Yan¹, SUN Li-rong^{1,2}, GONG Yong-kai¹, WANG Bao¹, LONG Huai-yu^{1*}

(1. Institute of Agricultural Resources and Regional Planning, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100081; 2. College of Resources and Environment, Hunan Agricultural University, Changsha 410005, China)

Abstract: In accordance with the existing state of chlorine in tobacco leaves, the pre-treatment for testing was improved. By series tests, the transparent chlorine solution was obtained if 0.5000g tobacco leaves sample was extracted with 25 ml 0.2 mol/L H₂SO₄ for 20 min at 25℃, simultaneously, equiponderant activated carbon was added in order to decolorize the solution. The recovery of chlorine in the method was 101.4%~102.6%, the precision and accuracy were corresponded with the requirement. Both the time and the cost were greatly saved compared with the traditional method. Furthermore, the operation was simple in determining, so this method was adapt to be popularized.

Key words: Chlorine; Tobacco leaves; Testing

氯对烟草而言是一个十分特殊的元素, 植株过量吸氯会严重影响烤烟的质量, 如叶片厚而脆、无弹性、燃烧性下降、香气减少和品质变劣^[1]等, 所以, 长期以来认为烟草是“忌氯作物”。然而, 氯也是烟草生长的必需营养元素, 烟叶含氯量过低也会对烟叶质量造成不良影响, 因此, 烟叶中氯元素养分管理尤为重要, 而相应氯含量测定必不可少。

现有氯测定方法概括起来包括两个基本步骤: 一是将氯从植物组织中提取出来, 形成待测液; 二是待测液中氯的测定。目前国内烟叶氯的测定方法主要有离子色谱法^[2-3]和连续流动法^[4-5], 前者所用的离子色谱仪、超纯水系统、超声波清洗器在一般的农化实验室并不常见, 仪器设备的缺乏限制了该方法的广泛推广。后者是国家烟草部门规定的标准方法, 但需要一些非常规试剂, 如聚乙氧基月桂醚, 也不利于普及应用。在常规农化分析中, 最常见的测定氯的方法便是摩尔法, 其前处理的常规方法是用碱性干灰化法处理烟叶, 此方法制备的待测液无杂色, 便于测定, 但所需时间较长, 实验繁琐。近年来, 刘学芝等采用热蒸馏水浸提烟叶

收稿日期: 2009-04-09

基金项目: 国家科技支撑计划(2006BAD05B06-02); 国家 863 计划(2006AA10Z270)

作者简介: 张 燕(1982-) 女, 硕士研究生, 主要从事土壤质量与农产品质量安全方面的研究。

通讯作者: 龙怀玉, 男, 研究员, E-mail: hylong@caas.ac.cn

中的氯离子,并以碱性醋酸铅脱去其中色素^[6],但该方法需严格控制热水温度以减少烟叶中色素被煮出。相比较而言,可考虑以酸代替热水浸提烟叶中的氯,同时可用成本较低的活性炭代替碱性醋酸铅对其脱色,以期探索出一种更为简便的方法来提取烟叶中的氯,因此进行了本次实验,用以辨明酸种类、酸用量、提取时间、提取温度、活性炭用量等因素对提取效果的影响。

1 材料与方法

1.1 材料

样品由福建、湖南、云南、贵州等省(市)主要烟区烟草公司提供,本试验随机抽取 2003~2004 年烤烟中部烟叶样品进行试验。

1.2 试剂

H₂SO₄、HNO₃、K₂CrO₄、NaOH、AgNO₃ (所用试剂均为分析纯)、活性炭。

1.3 试验设计

(1) 酸种类以及浓度试验:以浓度为 0.1 mol·L⁻¹、0.2 mol·L⁻¹、0.3 mol·L⁻¹ 硝酸溶液和硫酸溶液制备待测液;

(2) 酸用量试验:以 15、20、25、30、35 mL 酸溶液制备待测液;

(3) 提取时间试验:分别设置提取时间为 10、15、20、25、30 min 制备待测液;

(4) 提取温度试验:分别设置提取温度为 20、25、30、35℃ 制备待测液;

(5) 活性炭用量试验:设置 4 个处理,以活性炭与样品用量的质量比 1:2、1:1、3:2、2:1 制备待测液。

1.4 试验操作

(1) 精确称取过 60 目筛的烟叶样品 0.500 0 g 和 1.000 g 活性炭,置于 100 mL 干燥的三角瓶中,加入 25 mL 0.2 mol·L⁻¹ H₂SO₄ 在 25℃ 室温下振摇 20 min,随即过滤到 50 mL 容量瓶中,用蒸馏水定容摇匀。

(2) 取 20 mL 上述定容液于干燥的 100 mL 三角瓶中,加 50 g·L⁻¹ K₂CrO₄ 0.5 mL 摇匀后,再用 1 mol·L⁻¹ NaOH 调 pH 值为 7 左右(即溶液由清亮的橙黄色变为黄绿色),用 0.02 mol·L⁻¹ AgNO₃ 标准溶液滴定到溶液呈橙红色。

(3) 空白试验:精确称取 1.000 g 活性炭,按上述步骤制备待测液并测定氯含量。

2 结果与分析

2.1 不同浓度、不同酸对浸提效果的影响

表 1 不同浓度酸对浸提效果的影响

酸类型	酸浓度(mol·L ⁻¹)	平行试验			\bar{x}	s	cv
		1	2	3			
HNO ₃	0.1	0.28	0.26	0.28	0.273(a)	0.009	0.042
	0.2	0.26	0.29	0.26	0.270(a)	0.014	0.064
	0.3	0.26	0.29	0.29	0.280(a)	0.014	0.062
H ₂ SO ₄	0.1	0.21	0.26	0.21	0.227(b)	0.024	0.127
	0.2	0.32	0.28	0.33	0.310(a)	0.010	0.031
	0.3	0.28	0.29	0.32	0.297(a)	0.015	0.070

注:a、b、c 中相同字母表示差异不显著,不同字母表示差异显著。

以 0.1 mol·L⁻¹、0.2 mol·L⁻¹、0.3 mol·L⁻¹ HNO₃ 溶液和 H₂SO₄ 溶液各 25 mL 制备待测液,测定结果多重比较,如表 1 所示。从表中可以看出,不同浓度 HNO₃ 处理之间差异均不显著,而不同浓度 H₂SO₄ 处理中,0.2 mol·L⁻¹ 和 0.3 mol·L⁻¹ H₂SO₄ 处理结果显著高于 0.1 mol·L⁻¹ H₂SO₄ 处理,且二者之间差异不显著。

对两种酸处理的结果进行比较,可以看出,用硫酸处理烟叶明显比硝酸处理浸提更完全,而增加硫酸的浓度在一定程度上可以提高浸提效果,当浓度达到 0.2 mol·L⁻¹ 时浸提效果最好,因此,本试验选用 0.2 mol·L⁻¹ H₂SO₄ 来做浸提液。

2.2 0.2 mol·L⁻¹ H₂SO₄ 用量对浸提效果的影响

以不同体积 0.2 mol·L⁻¹ H₂SO₄ 溶液提取制备

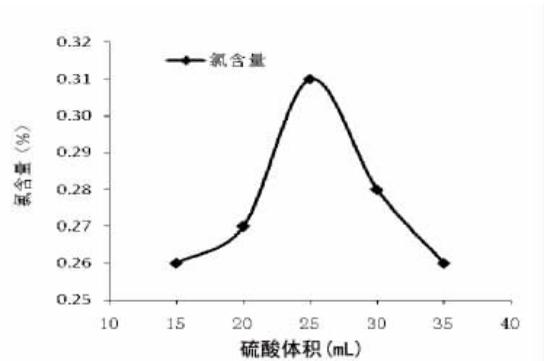


图 1 硫酸体积对浸提效果的影响

待测液,测定结果如图 1 所示。由图 1 可以看出,在 25 mL 以前随着用量的增加,氯浸提量明显地增加,15 mL 和 20 mL 时氯浸提量偏低,烟叶中氯不能完全被提取出来,当达到 25 mL 时测定结果

达到最大值,继续加大体积浸提结果反而有些降低,说明 25 mL 即可完全提取烟叶中的氯。所以在下一步实验中使用 $0.2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 25 mL 来浸提烟叶中的氯。

2.3 提取时间对浸提效果的影响

以 $0.2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 25 mL 在设定不同的浸提时间制备待测液,测定结果如图 2 所示。由图 2 可看出,当提取时间少于 20 min 时氯的浸提量较少,在 20~30 min 时间段区别不是特别明显,说明 20 min 即可以完全提取烟叶中的氯。因此,实验时可以选择 20 min 的提取时间。

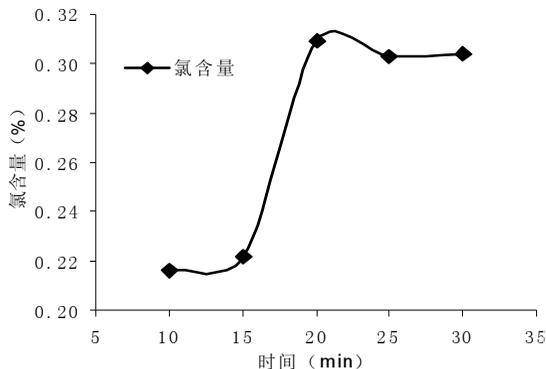


图 2 提取时间对浸提效果的影响

2.4 提取温度对浸提效果的影响

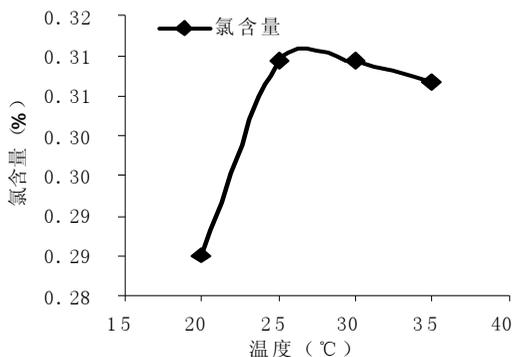


图 3 提取温度对浸提效果的影响

在不同温度下制备待测液,测定结果如图 3 所示。从中可看出,20°C 时测定结果偏低,说明温度低时,烟叶中的氯被提取出来的速度慢,25~35°C 之间的测定结果接近,因此,25°C 制备待测液均最合适。

2.5 活性炭用量对浸提结果的影响

称取 0.500 0 g 的烟样分别加入不同量活性炭制备待测液。测定结果如图 4 所示。由图 4 可看出,活性炭用量与烟叶量的比值小于 1 时,氯的提取量很低,说明对氯的测定有所影响;比值在 1~2 之间时氯的浸提结果非常接近,说明脱色效果

较好。因此,只要活性炭用量与烟叶量之比不小于 1 即可,为保证脱色效果推荐比率为 2:1。

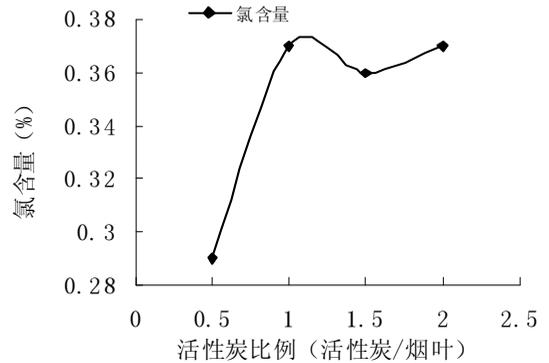


图 4 活性炭比例对浸提效果的影响

2.6 回收率考察

表 2 回收率考察

平行号	烟叶氯量 (mg)	加入氯量 (mg)	总氯量 (mg)	测定值 (mg)	回收率 (%)
1	1.43	1.4	2.83	2.85	101.43
2	1.43	2.8	4.23	4.25	101.71
3	1.43	4.2	5.63	5.74	102.62

准确称取烟样 0.500 0 g,分别加入已知量的氯,然后用 $0.2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液提取制备待测液,测定氯含量,计算回收率。结果见表 2。从表 2 可知,氯的回收率在 101%~103% 之间,精确度符合测定要求。

3 结 论

3.1 以 $0.2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 浸提烟叶中的氯所耗时间少,并且测定的结果也比较准确,与常用方法相比既简化了操作程序,又提高了效率。

3.2 常规方法所需仪器为高温电炉,每次只能灰化很少的样品,与此相比,改进方法只是要求在 25~35°C 下浸提,不需要太大的电能,就可以成批制备待测液。

3.3 由于滴定时待测液由黄绿色转变为橙红色,变色点在待测液浓度高时不明显,建议测定时在三角瓶中加入 20 mL 左右蒸馏水。

3.4 待测烟叶样品一定要研细混匀、烘干、过 60 目筛,以减少测定误差。

参考文献:

- [1] 吕春伟. 云南烤烟 40 级钾氯元素含量及规律[J]. 安徽烟草科技, 1999(4):12-18.
- [2] 罗华云,周冀衡,杨虹琦,等. 离子色谱法测定烤烟中氯离子和硫酸根离子及氟离子[J]. 湖南农业大学学报(自然科学版), 2005,31(6):620-622.

[3] 吴玉萍, 王东丹, 杨金辉. 离子色谱法检测烟叶中的 NO_3^- 、 NO_2^- 、 Cl^- [J]. 化学分析计量, 2002, 11(2): 32-33.

[4] 孔浩辉, 李期盼, 郭文, 等. 连续流动分析法测定烟草中的氮含量 [J]. 烟草科技, 2004(4): 26-28.

(上接第 29 页) 成为肥料行业生产和农资消费的热点, 从而为绿色食品、有机食品产业化创造良好条件。通过有益微生物的处理将农作物秸秆、畜禽粪便等有机废弃物转变成生物有机肥, 使之无害化、资源化, 解决了种植、养殖业的后顾之忧, 同时也增加了畜禽产品的附加值, 是一举多得的事情。同时, 秸秆通过非病原微生物作用还田具有提高土壤有机质含量, 改善土壤物理性状, 增加土壤微生物, 使土壤变得疏松易于耕种, 减少病虫害的发生。正确使用生物有机肥, 可以提高农产品的产量和品质, 具有很好的生态效益和经济效益。因此, 生物有机肥工厂化生产对畜禽养殖业、肥料加工和种植业都会产生良好的经济效益和社会效益。使农业生产走可持续发展的道路。

参考文献:

[1] 钟希琼, 王惠珍, 邓日烈, 等. 生物有机肥对蔬菜生理性状和品质的影响 [J]. 佛山科学技术学院学报 (自然科学版), *****
(上接第 43 页) 在接蜂 36 h 后取到的寄生卵样本中, 没有未寄生的空瘪卵现象, 但在预蛹后期调查寄生率时, 发现此时卵的内容物较多都化成水状, 最后调查寄生率时随接蜂时间增加略有下降, 是因为蜂种长时间产卵带入空气中的病菌, 还是因为单卵头数过多出现生存竞争, 最终不能发育成赤眼蜂, 有待于进一步研究。

由于本实验只是在 $(26 \pm 1)^\circ\text{C}$ 、相对湿度 80% \pm 5%、寄主卵与蜂种比为 14:1 的条件下繁殖的, 并且只是 TC 螟黄赤眼蜂品系得出的结论, 故在实际生产和应用中还应考虑不同的品系、接蜂温度、湿度、接蜂倍数等综合因素, 以最小的投入换取最大的经济效益和社会效益。

本实验初步明确接蜂时间对赤眼蜂的繁殖会产生影响, 找出繁殖该蜂比较适宜的接蜂时间, 但还没从根本上解决螟黄赤眼蜂在柞蚕卵上寄生率 *****
(上接第 60 页) 而且该方法可更好地保持蛋白质的活性, 可作为提取功能蛋白质的方法。

参考文献:

[1] 吕文彦, 娄国强. 昆虫蛋白质资源的开发利用概况 [J]. 河南职技师院学报, 1996, 24(4): 7-10.
[2] 罗科. 昆虫蛋白质资源开发利用 [J]. 农牧情报研究, 1990(5): 52-53.
[3] 张传溪. 资源昆虫 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1990, 107-110.
[4] 原国辉, 郑祥义. 食用昆虫蛋白资源的开发利用概况 [J]. 昆虫知识, 1991(2): 122-124.

[5] 杜瑞华, 周明松. 连续流动分析法在烟草分析中的应用 [J]. 中国测试技术, 2007, 33(3): 76-78.

[6] 刘学芝, 韩富根, 李高等. 烟叶中烟碱、钾、氯常规法测定前处理的改进初探 [J]. 河南农业大学学报, 2004, 38(3): 267-270.

[2] 丁平, 潘超美, 徐鸿华. 不同生物有机肥料对巴戟天主要有效成分的影响 [J]. 现代中药研究与实践, 2003, 17(4): 21-22.

[3] 王玉时, 李宏松, 胡茶根. 安徽农学通报, 2003(2): 67-68.

[4] 王立刚, 李维炯, 邱建军, 等. 生物有机肥对作物生长、土壤肥力及产量的效应研究 [J]. 土壤肥料, 2004(4): 12-16.

[5] 张敏, 王正银. 生物有机肥与农业可持续发展 [J]. 磷肥与复肥, 2006(2): 58-59.

[6] 徐福乐, 纵明, 杨峰, 等. 生物有机肥的肥效及作用机理 [J]. 耕作与栽培, 2005(6): 8-9.

[7] 张连忠, 路克国, 王宏伟, 等. 重金属和生物有机肥对苹果根区土壤微生物的影响 [J]. 水土保持学报, 2005(2): 92-95.

[8] 李俊, 姜昕, 李力, 等. 微生物肥料的发展与土壤生物肥力的维持 [J]. 中国土壤与肥料, 2006(4): 1-5.

[9] 蔡燕飞, 廖宗文. FAME 法分析施肥对番茄青枯病抑制和土壤健康恢复的效果 [J]. 中国农业科学, 2003(8): 922-927.

[10] 刘国顺, 彭华伟. 生物有机肥对烤烟土壤肥力及生长发育的影响 [J]. 耕作与栽培, 2004(3): 29-31.

低的问题, 今后还应在种下遗传分化和蜂种选育方面做进一步研究, 选育出更适宜柞蚕卵繁殖的螟黄赤眼蜂品系, 以实现工厂化大量生产。

参考文献:

[1] 许建军, 郭文超, 何疆, 等. 新疆利用赤眼蜂防治玉米螟田间技术研究初报 [J]. 新疆农业科学, 2001, 38(6): 315-317.

[2] 刘万学, 万方浩, 郭建英, 等. 人工释放赤眼蜂对棉铃虫的防治作用及相关生态效应 [J]. 昆虫学报, 2003, 46(3): 311-317.

[3] 王克勤, 黄元巨, 王亚洲, 等. 应用人工卵繁殖螟黄赤眼蜂防治大豆食心虫的初步研究 [J]. 黑龙江农业科学, 1996(3): 21-23.

[4] 郭良珍, 冯荣杨, 梁恩义, 等. 螟黄赤眼蜂对甘蔗螟虫的控制效果 [J]. 西南农业大学学报, 2001, 23(5): 398-400.

[5] 董本春, 王常湘, 高德语, 等. 螟黄赤眼蜂防治水稻二化螟的研究 [J]. 植物保护, 2001, 27(4): 45-46.

[6] 鲁新, 李丽娟, 张国红. 接蜂倍数对螟黄赤眼蜂不同品系的影响 [J]. 吉林农业科学, 2004, 29(1): 32-34.

[7] 鲁新, 李丽娟, 张国红. 温度对螟黄赤眼蜂不同品系的影响 [J]. 吉林农业科学, 2003, 28(5): 18-21.

[5] 谢保令. 黄粉虫营养成分的分析 [J]. 昆虫知识, 1991, 28(4): 247-249.

[6] 刘高强, 魏美才. 昆虫蛋白饲料的开发利用 [J]. 饲料研究, 2002(10): 13-14.

[7] 张泽生, 姚国雄. 家蝇幼虫作为人类潜在食物蛋白质资源的探索 [J]. 食品工业科技, 1997(6): 67-69.

[8] 许士国, 林育真, 战新梅. 三种昆虫蛋白质、氨基酸和脂肪酸的比较研究 [J]. 营养学报, 2000, 22(4): 353-355.

[9] 冀宛领, 盖英萍. 黄粉虫蛋白质的提取工艺研究 [J]. 食品科技, 2000(5): 24-25.