

## 离子色谱法测定再造烟叶中的钠·氨·钾·镁·钙

李国政<sup>1,2</sup>, 张峻松<sup>1</sup>, 邱建华<sup>2\*</sup>, 宋金勇<sup>2</sup>, 郝辉<sup>2</sup>, 周浩<sup>2</sup>

(1. 郑州轻工业学院食品与生物工程学院, 河南郑州 450002; 2. 河南中烟工业有限责任公司, 河南郑州 450000)

**摘要** [目的] 建立离子色谱法测定再造烟叶中的钠、氨、钾、镁、钙的含量。[方法] 采用 0.05 mol/L 盐酸溶液作为提取溶液, 在超声波辅助条件下提取 30 min, 离子色谱法准确快速地同时检测出再造烟叶中的钠、氨、钾、镁、钙 5 种阳离子的含量。[结果] 该方法对于钠、氨、钾、镁、钙 5 种阳离子的检出限和定量限分别为 0.01 和 0.05  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 0.06 和 0.019  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 0.03 和 0.012  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 0.04 和 0.013  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 0.15 和 0.048  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 5 种阳离子 3 个浓度梯度的加标回收率范围均在 91.7% ~ 109.9%。用建立的方法对市场上常用的几种再造烟叶进行了测定显示, 低含量的氨离子和钠离子含量的偏差分别为 51.17% 和 51.96%, 而高含量的镁、钾和钙离子含量偏差均在 20% 以内。[结论] 该研究建立的方法具有操作简便、准确度高、重复性好、适用性强等优点, 适用于大批量样品分析。

**关键词** 离子色谱法; 再造烟叶; 钠; 钾; 氨; 镁; 钙

中图分类号 S572 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2014)02-00575-02

Determination of  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  and  $\text{Ca}^{2+}$  in Reconstituted Tobacco Sheet by Ion Chromatography

LI Guo-zheng et al (Institute of Food and Biological Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou, Henan 450002)

**Abstract** [Objective] To determine the content of sodium, potassium, ammonia, magnesium, calcium in reconstituted tobacco sheet by Ion-chromatography. [Method] Using 0.05 mol/L hydrochloric acid solution, extracting for 30 min with ultrasonic assistant method, Ion-chromatography was adopted to accurately and rapidly determine content of sodium, potassium, ammonia, magnesium, calcium. [Result] The detection limit and quantification limit of the method on sodium, ammonia, potassium, magnesium, calcium are 0.01 and 0.05  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 0.06 and 0.019  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 0.03 and 0.012  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 0.04 and 0.013  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , 0.15 and 0.048  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , respectively. The range of recovery rate of standard addition is 91.7% - 109.9%. The deviation between low content ammonium and sodium is 51.17% and 51.96%, deviation of high content magnesium, potassium and calcium is within 20%. [Conclusion] The established method has advantages of simple operation, high accuracy, good repeatability, strong adaptability, which is appropriate for multitudinous samples analysis.

**Key words** Ion-chromatography; Reconstituted tobacco sheet; Sodium; Potassium; Ammonia; Magnesium; Calcium

离子色谱(IC)作为一种快速、高效、灵敏的检测工具, 不断地被应用于各种样品的分析测试。此项技术在环境样品、试剂、饮料等的成分分析中均有应用<sup>[1]</sup>。烟草中的钠、钾、氨、镁、钙含量一直为烟草界所重视, 钠和钾可以增加烟叶的持火力, 促进卷烟烟支燃烧, 镁和钙是烟草中重要的灰分元素, 氨离子主要影响吃味和刺激性<sup>[2]</sup>。造纸法再造烟叶是利用卷烟过程中废弃的烟梗、烟末、烟片等作为原料制成接近烟叶的薄片再用于卷烟生产。目前造纸法再造烟叶已经占卷烟比重的 10% 左右, 在欧美国家的卷烟产品中, 造纸法再造烟叶的平均掺配量已超过 20%<sup>[3]</sup>。因此, 对烟草中游离氨、钾及钠、镁的含量准确测定具有重要意义<sup>[4]</sup>。目前, 测定烟草中钾的方法主要有原子吸收光谱法、火焰光度法、流动注射分析法、四苯硼钠比浊法以及示波极谱法<sup>[5-6]</sup>等。笔者在 DIONEX ICS-3000 型离子色谱仪中采用甲烷磺酸溶液作为流动相, IonPac CS12A 阳离子交换色谱柱进行分离, 用电导检测器进行检测, 在 20 min 内完成对烟草制品中钠、氨、钾、镁的同时测定。试验结果表明, 此方法具有快速、重复性好、灵敏度高等优点。

## 1 材料与方

**1.1 材料** 供试样品为某品牌卷烟再造烟叶。主要试剂: 37% (W/W) 盐酸 (AR), 烟台双双化工有限公司; 钾标准溶液 [GBW(E) 080974, 1 000  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ]、镁标准溶液 [GBW(E)

080132, 100  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ]、钙标准溶液 [GBW(E) 080118, 1 000  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ]、国家标准物质中心。主要仪器: ICS3000 免试剂型离子色谱仪 (配电导检测器)、IonPac CS12A 阳离子分析柱 (4 mm  $\times$  250 mm)、IonPac CG12A 阳离子保护柱 (4 mm  $\times$  50 mm)、甲烷磺酸 (MSA) 罐, 美国 Dionex 公司; Milli Q 超纯水仪, 美国 Millipore 公司。

## 1.2 样品测定方法

**1.2.1 样品前处理。** 样品在 100  $^{\circ}\text{C}$  条件下烘干 2 h, 然后用旋风磨粉碎, 过 40 目筛网。准确称取 0.1 g 样品 (精确到 0.1 mg), 加入 50 ml 浓度为 0.05 mol/L 的盐酸溶液, 超声波条件下提取 30 min。静止后, 取上清液 10 ml, 超纯水定容至 50 ml, 过 0.45  $\mu\text{m}$  的水相滤膜, 由离子色谱仪进行测试。

**1.2.2 测定条件。** 色谱柱: Dionex IonPac CS12A (4 mm  $\times$  250 mm); 保护柱: Dionex IonPac CG12A (4 mm  $\times$  50 mm); 淋洗液: MSA; 浓度: 20 mmol/L; 流速: 1.2 ml/min; 进样量: 25  $\mu\text{l}$ ; 采集时间: 30 min; 洗脱方式: 等度; 检测器: 电导检测器; 抑制器: CSRS-II; 电流: 71 mA。

## 2 结果与分析

**2.1 样品前处理条件的选择** 由于再造烟叶中阳离子目前还没有成熟的测定方法, 所以如何选择样品的前处理方法对测定结果影响重大。笔者分别对振荡和超声 2 种提取方式进行比较, 同时对水和稀盐酸 2 种提取溶液进行比较; 进而探讨了盐酸提取液体积和超声波提取时间对再造烟叶中钠、氨、钾、镁、钙含量的影响。结果表明, 超声提取方式总体效果明显好于振荡提取方式; 采用酸提取的效果明显优于水提取的效果, 特别是对于钙离子和镁离子的提取, 因为酸溶液

**作者简介** 李国政 (1978 - ), 男, 河南宜阳人, 工程师, 硕士, 从事烟草化学和香精香料研究。\* 通讯作者, 工程师, 硕士, 从事烟草化学和香精香料研究。

**收稿日期** 2013-09-08

使样品中的钙和镁形成离子态而进入溶液中。而相对于0.1 g样品,优化加入0.05 mol/L盐酸提取液的体积和超声波提取时间对提取的各阳离子的影响分别见图1和图2。由图1、2可知,最佳的提取液体积为50 ml,超声波提取的最佳时间是30 min。最终确定的提取条件为:0.1 g卷烟再造烟叶样品中加入50 ml浓度为0.05 mol/L的盐酸溶液,超声波提取30 min。

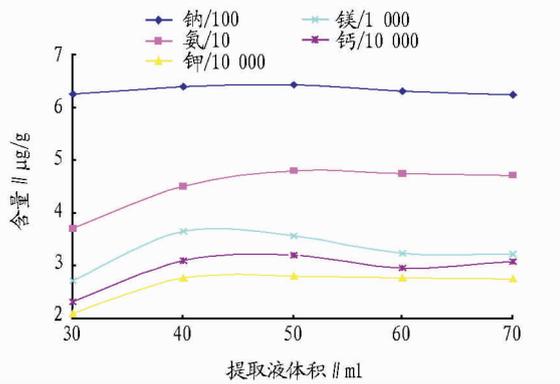


图1 所加提取剂体积对再造烟叶中钠、氮、钾、镁、钙含量的影响

**2.2 方法评价** 对建立起来的离子色谱仪同时测定钠、钾、氮、镁、钙5种阳离子的分析方法进行了评价,所得数据如表1所示。其中,最低浓度的标样连续进样10次,所得数值的标准偏差3倍作为方法的检测限,标准偏差的10倍作为定量限。

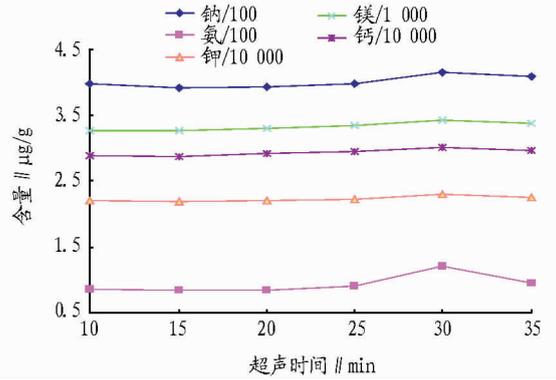


图2 超声提取时间对再造烟叶中钠、氮、钾、镁、钙含量的影响

表1 方法评价参数

元素	工作曲线	相关系数 R	检测限 μg/ml	定量限 μg/ml
钠	$Y=0.2784x+0.0270$	99.78	0.001	0.005
氮	$Y=0.3326x+0.0124$	99.31	0.006	0.019
钾	$Y=0.1870x+0.0108$	99.95	0.003	0.012
镁	$Y=0.5390x-0.0121$	99.997	0.004	0.013
钙	$Y=0.3421x+0.1633$	99.95	0.015	0.048

为了考察数据的准确性,分别分为低浓度、中等浓度和高浓度3个不同级别的浓度对样品进行加标试验,结果如表2所示。从表2可知,3个加标浓度的回收率范围均在90%~110%,说明此方法准确度能满足测定需求。

表2 3个浓度加标样品回收率

元素	低浓度			中等浓度			高浓度		
	加入量 μg/ml	测定值 μg/ml	回收率 %	加入量 μg/ml	测定值 μg/ml	回收率 %	加入量 μg/ml	测定值 μg/ml	回收率 %
钠	0.100	0.106	106.2	0.400	0.435	108.7	2.000	1.870	93.5
氮	0.020	0.021	103.3	0.050	0.053	105.8	1.000	0.917	91.7
钾	3.000	2.984	99.5	10.000	9.553	95.5	30.000	29.086	97.0
镁	0.300	0.309	103.1	1.500	1.535	102.3	5.000	5.088	101.8
钙	5.000	5.495	109.9	10.000	9.802	98.0	50.000	48.215	96.4

**2.3 样品测定结果** 应用建立的方法对目前市场上的8个生产厂家的再造烟叶样品进行测试,测定结果见表3。从表3中测定结果可知,各再造烟叶中几种阳离子的含量偏差范围较大,其中低含量的氮离子和钠离子的标准偏差分别为51.17%和51.96%,而较高含量的镁离子、钾离子和钙离子在各牌号再造烟叶样品中含量标准偏差均在20%以内。

表3 8个厂家再造烟叶中几种阳离子含量

样品厂家	含量//μg/g				
	钠	氮	钾	镁	钙
瑞升	398.63	100.13	18 913	3 579.6	42 913
杭州	309.31	69.72	27 702	3 004.9	29 589
汕头	599.41	208.25	22 011	3 607.4	25 910
太仓	308.21	94.85	27 852	3 739.1	28 711
许昌	733.02	156.93	24 575	4 074.9	35 363
韶关	803.78	75.07	24 097	3 242.3	38 086
摩迪	211.94	121.64	28 048	3 050.0	43 597
法国	220.38	32.39	27 450	2 910.4	39 987
平均值	448.09	107.37	25 081	3 401.1	35 520
RSD//%	51.96	51.17	13.28	12.12	19.05

### 3 结论

该试验建立了超声波辅助条件下,盐酸提取30 min,离子色谱法测定再造烟叶中的钠、氮、钾、镁、钙5种阳离子的方法。优化了样品提取的各个参数,确定了最优提取条件。对建立的方法进行了评价,结果显示,该方法具有操作简便、准确度高、重复性好、适用性强等优点,适用于大批量样品分析。

对收集到的国内市场上常用的8个厂家的造纸法再造烟叶样品进行了检测,测定结果显示,低含量的氮离子和钠离子在各牌号件中含量的偏差分别为51.17%和51.96%,而高含量的镁、钾和钙离子在各牌号件中含量偏差均在20%以内。这些离子含量的偏差是否会对卷烟的品质产生影响,接下来将会进一步进行此类研究。

### 参考文献

- [1] 牟世芬,刘克纳.离子色谱方法及应用[M].北京:化学工业出版社,2000:1-2.
- [2] 陈江华,刘建利,龙怀玉.中国烟叶矿物质营养及主要化学成分含量特征研究[J].中国烟草学报,2004,10(5):20-27.

教育、多媒体课件以及视频录像等辅助教学。近年来,兽医科学实验教学中心重视网络实验教学和实验室信息化管理,建立了兽医科学实验教学中心专用网络平台(<http://dyx.rcswu.cq.cn/dypt/index.asp>)。中心网站专人管理,不断充实网站内容,以期加强实验教学管理系统建设和网络教学资源,实现实验教学的信息化管理。

**2.4 加强实验室安全管理,切实做好防护措施** 实验室安全工作以预防为主,把握实验室管理过程中的各个环节,做好预防工作,把事故的隐患消除在过程进行之前。其中,实验室安全管理包括人身安全、物品安全、动物安全。

首先,中心配齐相应安全用品,教师加强在实验过程中的安全教育,提高安全警惕。进行实验时要严格遵守操作规程,学生实验必须在教师指导下进行,以免发生意外,并仔细审查不安全因素,消除隐患。对需用电实验要确保用电安全,实验结束后要及时关闭电闸。其次,中心对有毒、有害药品进行专人管理,领取使用必须经中心主任确认后,由保管员与领用者一起领取,并在保管员的监督下进行使用,未使用完的有毒有害物品由实验保管员回收保管储存,并作好相关的领取、使用记录。

兽医科学实验中实验动物的安全尤为重要。在实验开展前,必须对实验动物进行疫病检测,并附检验合格证,方可进入实验室进行实验教学。中心专人负责实验动物的采购、检查及回收、销毁,并进行登记,定期进行公示,以保证师生人身安全。

### 3 建设开放实验室,提高实验室利用率

中心所有教学设施、实验仪器设备实行统一调度使用,在保证教学任务前提下中心仪器设备向校外开放,既服务于教学又兼顾科研需要,亦可向兄弟院校、科研院所及技术培训班开放,提高利用率。中心部分实验室实行全天候开放,学生可根据自己的情况到实验室进行预备实验,实验内容的复习,实验操作环节的熟悉,对教师课堂讲授的知识进行验证,或者进行自己感兴趣的实验课题。由于实验室定期向学生开放,充分保证学生的创新科研项目完成,本科毕业论文和硕士研究生论文质量得到提高<sup>[2]</sup>。这样中心在高效利用实验平台和项目资源的基础上,提高了师生的科学素养,对挖掘实验室潜力,提高实验室工作效率,充分发挥学生的创造能力,培养学生科研及解决实际问题的能力等方面发挥了极大的作用。

(上接第 576 页)

- [3] 邱晔,陈辉敏. 我国造纸法再造烟叶发展现状分析[J]. 烟草科学研究, 2006(3):115-120.
- [4] 王颖,张威,李雪,等. 干法灰化-离子色谱法测定烟草中的钾、钙和镁[J]. 烟草科技,2012(1):43-46.

### 4 坚持“理论教学与实验教学并重”的政策导向,加强实验教学队伍建设

中心按照“骨干人员稳定,兼职人员可流动,专兼职人员结合”的原则组建实验教学队伍。根据实验教学的特点,西南大学下发相关文件明确提出要建立教师系列和教学辅助技术工人相结合的实验教学指导教师队伍;同时制定和实施指导教师岗位聘任制、实验项目负责人和主讲教师制等制度,鼓励教师实验教学、科学研究和生产实践有机结合起来,形成理论教学、实践教学和科学研究的良好互通局面。

为了稳定实验教师队伍,引进高水平实验技术人才、加强实验技术队伍建设,学校实行教学科研与实验系列分开聘任的岗位聘任政策,明确规定实验教师及技术人员在岗位津贴和职称评定方面与理论课教师享受同等待遇。同时为鼓励教师从事教改研究,对教改论文等级核准以及实验室工作量计算也有明确规定,并激励现有实验教学人员和技术人员通过在职学习提高自身学历和能力。另外,兽医科学实验教学中心所开展的实验课程实行“双师制”,理论课教师必须作为实验课程的指导教师,即每个实验项目有 2 名教师同时指导,既保证了理论课与实验课的密切联系,又确保了实验课程的教学质量。为提高实验人员综合素质,中心每年分派实验技术人员外出参观、学习,以吸取其他院校在实验室管理方面的长处,更好地发展本中心实验室。

中心现已形成了老、中、青结合,学历层次较高,业务水平过硬,团结协作勇于创新的实验教学师资队伍,并在教学研究、科学创新、人才培养、成果应用和对外交流等方面作出了一系列卓有成效的工作。

综上所述,高校实验室是教学、科研工作的重要基地,实验室水平是衡量高校教学质量、科研技术水平和办学水平的重要标志<sup>[2]</sup>。实验中心的建设不仅使仪器设备、人员等资源共享,而且使得实验教学和 Related 教育资源的整合和利用更为有效,为社会服务的辐射面更广,为培养产、学、研相结合的兽医实用型人才打下了坚实的基础。因此要精心规划,科学管理,努力把兽医科学实验教学中心建设成管理科学、特色鲜明、专业突出的高校示范实验室。

### 参考文献

- [1] 路彩霞,李军成. 高职院校畜牧兽医专业实验室管理[J]. 畜牧与饲料科学,2011,32(7):18-20.
- [2] 金巍. 加强实验室管理建设,提高实验工作效率[J]. 黑龙江畜牧兽医:综合指导版,2012(4):35-36.
- [5] 刘巍,蒋次清,王岚,等. 烟草中钾的连续流动分析方法研究[J]. 烟草科学研究,2003(4):114-115.
- [6] 牛家淑. 示波极谱滴定法测定植物中钾含量的研究[J]. 植物学通报,1997,14(2):55-57.