

烟草中总氮测定方法优化研究

张鼎方,刘江生,张建平,柯艺萍,蔡国华*

福建中烟工业有限责任公司技术中心

摘要:优化了用 API 连续流动分析仪测定烟草总氮的消化方法。称取 0.1~0.2 g 烟粉,用 0.4 g CuSO₄ 代替 HgO 作反应催化剂,加入 3 g K₂SO₄ 和 6.0 mL 浓 H₂SO₄ 先于 150 °C 下消化 1 h,再于 380 °C 下消化 3 h,冷却至室温,用去离子水稀释,再用 API 连续流动分析仪进行分析。与行业标准方法比较,其测定结果与标准方法测定结果一致。结论是,可以用 CuSO₄ 代替 HgO 作催化剂来消化烟草样品测定烟草总氮。

关键词:连续流动分析法;总氮;烟草

中图分类号:Q946.91

文献标识码:A

DOI:10.16333/j.1001-6880.2018.S.031

Optimization and Determination Method of Total Nitrogen in Tobacco

ZHANG Ding-fang, LIU Jiang-sheng, ZHANG Jian-ping, KE Yi-ping, CAI Guo-hua*

Fujian zhongyan industrial co., LTD. Technical center

Abstract: The conditions for determining total nitrogen in tobacco with API analyzer were optimized. 0.1-0.2 g tobacco powder was digested with 0.4 g CuSO₄, 3 g K₂SO₄, and 6.0 mL concentrated H₂SO₄ under 150 °C for one hour and then 380 °C for 3 h, cooled to room temperature, diluted with ionfree water, and finally analyzed with the instrument. The results determined with the continuous flow analytical method were comparable with those of the standard one. The conclusion was that total nitrogen in tobacco could be determined with the continuous flow analytical method.

Key words: continuous flow analytical method; total nitrogen; tobacco

在烟草及其制品质量综合评价中,总氮是一个重要的技术指标。目前国内烟草中总氮的测定,主要采用行业标准:烟草及烟草制品 总氮的测定连续流动法 YC/T 161-2002^[10],采用连续流动分析法测定烟草总氮,方法具有简便、易操作等优点。但是由于氧化汞有毒以及环境污染严重,随着环保要求越来越高,用别的物质替换氧化汞作为催化剂变得尤为迫切。本实验选用硫酸铜代替氧化汞,在优化消化条件下,检测结果完全满足测定的要求。

1 实验部分

1.1 主要仪器及试剂

连续流动分析仪(美国 API 公司)、BuCHI435 消热器(瑞士 Buchi 公司);次氯酸钠、酒石酸钾钠、氯化铵、硫酸铜、水杨酸钠、硫酸、氢氧化钠、磷酸氢二钠,所有试剂均为中国国药公司的分析纯。

1.2 试验方法

准确称取约 0.1 g 烟样(过 40 目筛,同时做含

水率测试)于消化管中,加硫酸铜、硫酸钾和浓硫酸,用消热器在 150 °C 消化 1 h 后,再于 380 °C 消化 3 h,取下冷却至室温,加去离子水定容至 70 mL,然后用 API 分析仪测定总氮质量含量。用行业标准-烟草及烟草制品 总氮的测定连续流动法 YC/T 161-2002^[10]测定同样的烟样总氮含量。

2 结果与分析

2.1 消化试剂用量的优化

在烟草总氮测定过程中,对样品在消化处理中用的催化剂,本实验选用硫酸铜代替氧化汞,称取相同量的烟粉样品,分别用不同量的硫酸铜(催化剂)、硫酸钾(助溶剂)和硫酸(氧化剂)进行处理,用 API 自动分析仪测定总氮。而后,以总氮(%)为纵坐标,硫酸铜、硫酸钾和浓硫酸的用量为横坐标作图,结果如图 1、图 2 和图 3 所示。从图中可以优选出的试剂用量范围是:硫酸铜用量为 0.20~0.50 g;硫酸钾用量为 2~4 g;浓硫酸用量为 3~7 mL。在此范围内总氮测定量变化不大,经优选后选用硫酸

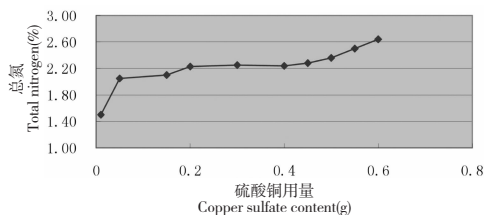


图1 硫酸铜用量对总氮测定值的影响

Fig. 1 Effect of copper sulfate content on total nitrogen determination

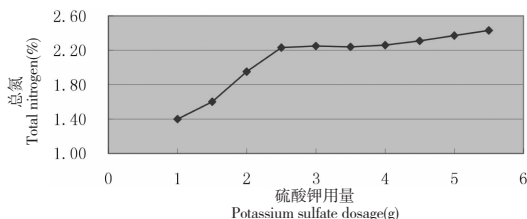


图2 硫酸钾用量对总氮测定值的影响

Fig. 2 Effect of potassium sulfate dosage on total nitrogen determination.

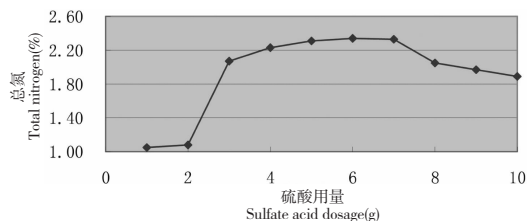


图3 硫酸用量对总氮测定值的影响

Fig. 3 Effect of sulfuric acid dosage on total nitrogen determination.

铜 0.40 g; 硫酸钾 3 g 及浓硫酸 6.0 mL 进行样品消化处理。

2.2 优化条件后方法检测的回收率

应用标准加入法测定它的加标回收率,在一定量的烟草标准物中加入一定量已知总氮质量分数的标准溶液,再按照上述方法进行处理测定。从结果(表1)来看,回收率为都在98%左右,表明本方法测定结果比较准确。

表1 回收率测定结果

Table 1 Recovery determination results

总氮测定值 Total nitrogen determination (%)			回收率 Recovery (%)
原含量 Content	加入量 Addition	回收量 Capacity	
2.15	0.31	2.43	98.73
2.16	0.65	2.76	98.34

2.3 改进后方法与行业标准方法测试比较

取青州院标准烟样、烤烟、香料烟和烟草薄片6个样品,根据优化后确定的实验条件进行处理,得到的处理液用 API 连续流动分析仪测定总氮质量分

数。同时,用行业标准法(YC/T 161-2002)测定这些样品的总氮质量分数。结果(表2)表明两种方法测定值比较一致,

表2 改进后方法与行业标准法对比实验结果

Table 2 The improved method is compared with the industry standard method

样品 Sample	总氮测定值 Total nitrogen determination (%)		平均相对偏差 RSD (%)
	标准法 Standard	改进后方法 Improved	
青州标准烟样 Standrad smoke sample	2.36	2.37	0.42S
香料烟 Spice smoke	2.62	2.59	1.15
薄片 Slice	1.31	1.31	0.00
烤烟 1 Flue-cured tobacco 1	2.64	2.63	0.38
烤烟 2 Flue-cured tobacco 2	1.86	1.88	1.08
烤烟 3 Flue-cured tobacco 3	1.91	1.90	0.52

3 结论

本实验优化了用 API 分析仪连续流动分析烟草

总氮的实验条件,样品消化用硫酸铜代替氧化汞作催化剂,对烟草样品的总氮含量进行了测定,结果表明该方法效果很好,数据准确,同时可减少有毒物质

对检测人员的危害,并大大减少对环境的污染。

参考文献

- 1 Yang Y(杨郁),Huang SX(黄胜雄),Zhao YM(赵毅民),
et al. Flavonoids from *Lycoris aurea* [J]. *Nat Prod Res Dev*
(天然产物研究与开发),2005,17:539-541.
- 2 Long ZZ(龙振洲). Medical immunology(医学免疫学)
[M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1989:
108-117.
- 3 Chinese Pharmacopoeia Commission(国家药典委员会).
Pharmacopoeia of the people's republic of China; Vol I(中
华人民共和国药典:第一部)[M]. Beijing: China Medical
Science Press, 2010; 11.
- 4 Morris SA, Curotto JE, Zink DL, *et al.* Sonomolides A and B,
new broad spectrum antifungal agents isolated from a cop-
rophilous fungus[J]. *Tetrahedron Lett*, 1995, 36: 9101-9104.
- 5 Gao CP(高春平). Natural anti-tumor nutrient(抗肿瘤天然
营养剂)[P]. CN200410016110. 3. 2004-12-29.
- 6 Yang B(杨斌). Studies on pathogenic toxins of *Lecanosticta*
acicula [D]. Nanjing: Nanjing Forestry University(南京林业
大学), 2000.
- 7 Zhu MP(朱曼萍). Research of chemical composition and
quality of *Rhodiola crenulata* [D]. Beijing: Beijing University
of Chinese Medicine(北京中医药大学), 2007.
- 8 Jiao Y(焦洋), Wang JD(王继德), Deng JP(邓久鹏).
Effect of different surface treatments on the crystal structure
and properties of zirconia[J]. *J Peking Univ: Health Sci*(北
京大学学报:医学版), 2018, 50: 49-52.
- 9 Cui Y(崔娅), Long J(龙杰), Wang SH(王淑华), *et al.*
The total nitrogen of tobacco was determined by continuous
flow analysis[J]. *Toba Sci & Tech*(烟草科技), 2001, 12:
38-40.
- 10 Determination of total nitrogen by continuous flow method
[S]. China: China Standard Press, 2002
- 11 Yu YZ(俞玉忠), Ni MM(倪明敏), Liu SM(刘申敏). The
effect of digestion time on total nitrogen determinat-ion re-
sults[J]. *Strait Pharm J*(海峡药理学), 2004 16(3): 79-80.
- 12 Liu J(刘倩). Continuous flow analysis was used to determine
nitrite nitrogen nitrate in wastewater[J]. *Indu Wat Tre*(工业
水处理) 2009, 29(8): 31-34.
- 9 Ren YH, Pan X, Lyu Q, *et al.* Biochemical characterization of
a fibrinolytic enzyme composed of multiple fragments[J]. *Ac-
ta Biochim Biophys Sin(Shanghai)*, 2018, 50: 227-229.
- 10 Wolson TH, Wiseman G. The use of sacs of everted small in-
testine for the study of the transference of substances from
the mucosal to the serosal surface[J]. *J Physiol*, 1954, 123:
116-125.
- 11 Wang SL, Wu YY, Liang TW. Purification and biochemical
characterization of a nattokinase by conversion of shrimp
shell with *Bacillus subtilis* TKU007[J]. *N Biotechnol*, 2011,
28: 196-202.
- 12 Hentz NG, Richardson JM, Sportsman JR, *et al.* Synthesis and
characterization of insulin-fluorescein derivatives for bioana-
lytical applications[J]. *Anal Chem*, 1997, 69: 4994-5000.
- 13 Fujita M, Hong K, Ito Y, *et al.* Transport of nattokinase across
the rat intestinal tract[J]. *Biol Pharm Bull*, 1995, 18: 1194-
1196.
- 14 Duan ZC(段智变), Dong GX(董改香), Wen XQ(温晓
庆), *et al.* Absorption of nattokinase in the small intestine of
rabbits and its distribution characteristics[J]. *ACTA Nutri-
menta SINICA*(营养学报), 2008, 2: 185-189.
- 15 Ero MP, Ng CM, Mihailovski T, *et al.* A pilot study on the se-
rum pharmacokinetics of nattokinase in humans following a
single, oral, daily dose[J]. *Altern Ther Health Med*, 2013, 19
(3): 16-19.

(上接第 163 页)