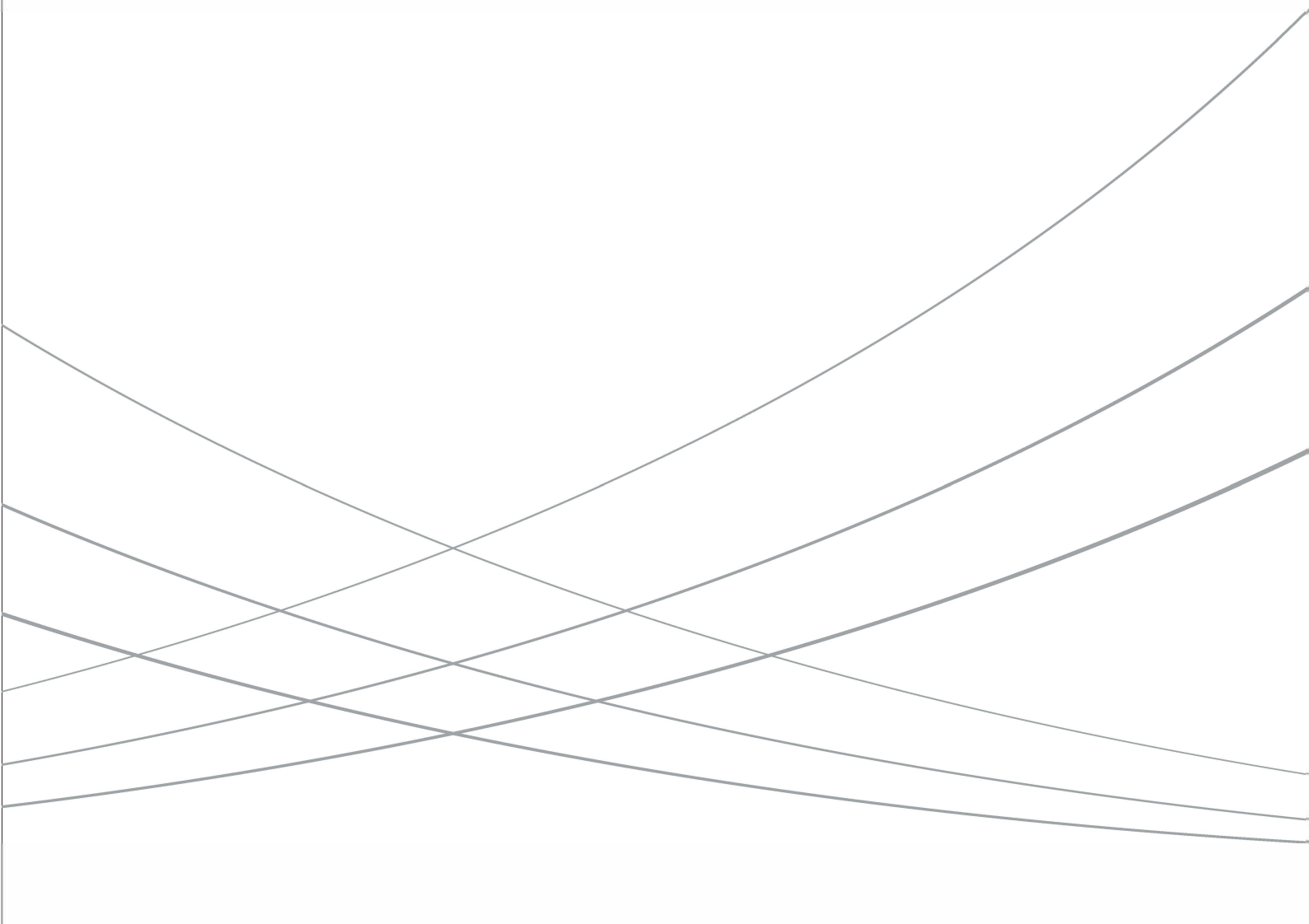


# 烟草及烟草制品中重金属的测定



# 序言

中国是世界上最大的烟草消费国之一，中国的烟草产量相当于其他7个最大烟草生产国的总和，每年销售的香烟高达1.6万亿支，中国人消费的香烟约占世界香烟产量的二分之一。据调查，2002年我国15岁以上人群吸烟率为35.8%，其中男性和女性吸烟率分别为66.0%和3.1%。由此估计，目前全国约有3.5亿吸烟者，占世界烟民的1/3。且我国吸烟人群呈现年轻化趋势，目前，中国青少年吸烟人数高达5000万。

中国卷烟市场在世界有3个“1/3”和8个“世界第一”：3.5亿烟民，占世界1/3；烟叶生产量及成品烟销售量各占世界1/3；烤烟种植面积、产量、增长速度世界第一，卷烟产销量、增长速度世界第一；吸烟人数及其增加数量世界第一；烟税增长速度世界第一。

烟草中有害金属的含量以及对人体健康的影响，近年来越来越受到各国研究人员的关注。目前世界各国控烟实践中普遍采用霍夫曼名单、fowels&Dybing名单、加拿大政府有害成分清单和美国环保署有害成分控制清单等等。不可否认，加拿大对本国的烟草管制在世界上都属于激进派，其标准通常高于其他国家烟草的标准。2010年10月7日在澳大利亚悉尼召开的第九届亚太烟草或健康会议上，发布的一项烟草对比研究表明：相关国家的某些品牌的卷烟检测出含有重金属，烟草中含有的铅、砷和镉等重金属成分。其含量与加拿大产香烟相比，最高超出三倍以上。虽说与要求严苛的加拿大烟草作比较确实有失公平，但其重金属含量高是一个不争的事实。”

2009年6月11日，美国参议院以79比17的压倒性多数通过决议，同意由美国食品和药物管理局(FDA)来对美国的烟草进行“一条龙式”的监管。而日本1985年就取消烟草专卖，同时颁布实施《烟草商业法》(Tobacco Business Law)和《日本烟草公司法》(Japan Tobacco Inc. Law)，前者是管理整个烟草产业的法律，后者是专门针对日烟公司的立法。

中国烟草生产和消费特殊的“国情”使得中国的烟草市场不能盲目参考国外的标准，独立制订一份相关的香烟重金属含量标准显得尤为重要。

岛津企业管理(中国)有限公司  
分析中心  
2013年1月

# 目 录

1 法规介绍	3
2 重金属元素的危害	3
3 实验方法	4
3.1 适用范围	4
3.2 方法原理	4
3.3 测定流程	4
3.4 结果计算与评估	6
3.5 分析测试流程	7
4 实验结果	9
4.1 各元素的标准曲线及谱峰轮廓	9
4.2 方法的检出限	13
4.3 方法空白和空白加标回收率	14
4.4 样品加标回收率	14
4.5 烟草测定结果	15
4.6 烟用接装纸测定结果	15
5 结论	16

## 1. 法规介绍

烟草及卷烟用纸中重金属检测标准如下：

### (1) YC 171-2009《烟用接装纸》

表1 卫生指标

项目	单位	指标	指标分类
铅(以Pb计)	mg/kg	≤5.0	A
砷(以As计)	mg/kg	≤1.0	A
无机元素			
镉(以Cd计)	mg/kg	≤1.0	A
铬(以Cr计)	mg/kg	≤15.0	A
镍(以Ni计)	mg/kg	≤10.0	A

### (2) YC/T 268-2008《烟用接装纸和接装原纸中砷、铅的测定 石墨炉原子吸收光谱法》

标准简介：称取0.2 g~1.0 g样品，置于微波消解罐中，依次加入5 mL硝酸，1 mL双氧水，1 mL盐酸和1 mL氢氟酸，进行微波消解；消解完成后赶酸，定容至50 mL。使用石墨炉进行测试。

### (3) YC/T 279-2008《烟用接装纸中镉、铬、镍的测定 石墨炉原子吸收光谱法》

标准简介：称取0.2~1.0 g样品，置于微波消解罐中，依次加入5 mL硝酸，1 mL双氧水，1 mL盐酸和1 mL氢氟酸，进行微波消解；消解完成后赶酸，定容至50 mL。使用石墨炉进行测试。

### (4) YC/T 316-2009《烟用接装纸和烟用接装纸原纸中砷、铅、镉、铬、镍、汞的测定 电感耦合等离子体质谱法》

标准简介：称取0.2~0.5 g样品，置于微波消解罐中，依次加入5 mL硝酸，1 mL双氧水，1 mL盐酸和1 mL氢氟酸，进行微波消解；消解完成后赶酸，定容至50 mL。

### (5) SN/T 1911-2007《进出口卷烟纸中铅、砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》

标准简介：称取剪碎混匀的纸样1~5 g(精确至0.001 g, 试样<1 cm×1 cm)于200 mL烧杯中，通风橱内操作，加入10~30 mL硝酸+高氯酸混合酸(4+1)，盖上玻璃表面皿浸泡30 min后，置于电热板上，温度控制在180℃以下，加热至产生白烟，样液应为无色或微带黄色，蒸发至体积剩余约1 mL时，取下冷却至室温。加入10 mL蒸馏水，煮沸1~2 min，取下冷却，加入1 mL硝酸(1+1)，移至25 mL容量瓶，蒸馏水洗涤烧杯，洗涤液并入容量瓶，定容、摇匀，待测。

### (6) YC/T 250-2008《烟草及烟草制品 汞、砷、铅含量的测定 氢化物原子荧光光度法》

标准简介：称取0.2~0.3 g样品，置于微波消解罐中，加入3~4 mL浓硝酸，待反应缓和后加入2 mL双氧水，进行微波消解。消解完全，溶液呈透明浅黄绿色。

## 2. 重金属元素的危害

人们在日常接触铅、砷、镉等有毒物质的机会不多，接触主要是通过消化道。而吸烟中重金属对人体的危害，却大大高于消化道吸收。在香烟不完全燃烧时，发生了一系列的热分解与热合成化学反应，形成大量复杂的有机物质，据研究从烟雾中分离出有害成分可达3000余种。有研究证实，香烟燃烧中心部位温度高达800~900℃，燃烧的边缘温度也达到了300~400℃。烟草的燃烧消费过程，一改受重金属污染的粮食、蔬菜和水果需要通过人体消化道吸收的过程，燃烧时的高温，将烟草中的重金属、类金属衍变为烟尘和雾(气溶胶)，直接由呼吸道进入人体内，该过程包含了吸烟者和被动吸烟者。

据国内有学者进行过相关的研究发现：一包香烟的烟丝大概14克，那么抽一包烟就吸进去了35微克的镉。差不多3个月的时间，体内聚集的镉就足够有害了。现实中不少烟民抽惯了一种牌子，不仅是数月抽，而且数年抽，甚至几十年

不变，该受到多大的危害，香烟重金属超标不是个小问题，对于烟民来说如同食品一样，同样是个大问题。

铬、镉、铅、砷和镍等元素理化性质如下：

铬：铬的化合物中以六价铬毒性最强，三价铬次之。铬酸、重铬酸及其盐类对人的粘膜及皮肤有刺激和灼烧作用。这些化合物以蒸气或粉尘方式进入人体，均会引起鼻中隔穿孔、肠胃疾患、白血球下降、类似哮喘的肺部病变。还有研究认为，六价铬可诱发肺癌。

镉：导致高血压，引起心脑血管疾病；破坏骨骼和肝肾，并引起肾衰竭。

铅：是重金属污染中毒性较大的一种，一旦进入人体将很难排除。能直接伤害人的脑细胞，特别是胎儿的神经系统，可造成先天智力低下。

砷：是砒霜的组分之一，有剧毒，会致人迅速死亡。长期接触少量，会导致慢性中毒。另外还有致癌性。

镍：镍是强致敏性金属，主要的镍过敏症状为纤维肉瘤和接触性皮炎。过量的镍进入细胞后主要通过自由基损伤、DNA-蛋白质交联和碱基甲基化等遗传或非遗传方式致癌。

### 3. 实验方法

#### 3.1 适用范围

本方法适用于烟用接装纸和烟草中重金属（Cr、Cd、Pb、As和Ni）的含量测定。

#### 3.2 方法原理

样品采用微波消解，消解完成后用超纯水稀释定容，采用ICP-OES进行分析测定。

#### 3.3 测定流程

##### 3.3.1 仪器和设备

分析天平（AUX-220），精密度为0.1 mg

容量瓶50 mL，100 mL

移液管

电感耦合等离子体发射光谱仪（ICPS-7510）

微波消解仪（ETHOS1）

标准品，试剂及标准溶液的配制

一级水（ISO3696）

硝酸（优级纯）

盐酸（优级纯）

双氧水（优级纯）

氢氟酸（优级纯）

标准物质

表2 标准物质

元素	浓度 (mg/L)	批号	生产厂家	
Cr	1000	11042572		
Cd	1000	11052732		
Pb	1000	12041912	国家钢铁材料测试中心	钢铁研究总院
As	1000	11111672		
Ni	1000	11022472		

### 3.3.2 标准溶液的配制

3.3.2.1 100 mg/L Cr、Cd、Pb、As和Ni标准贮备液的配制：分别移取5 mL 1000 mg/L标准贮备液于50 mL容量瓶中，用10%硝酸稀释并定容到刻度线，摇匀。该标准溶液在0~8℃下保存，有效期2个月。

3.3.2.2 10 mg/L Cr、Cd、Pb、As和Ni标准贮备液的配制：移取10 mL 100 mg/L标准贮备液于100 mL容量瓶中，用10%硝酸稀释并定容到刻度线，摇匀。该标准溶液在0~8℃下保存，有效期2个月。

### 3.3.3 校准溶液的配制

表 3 标准曲线浓度

标液浓度 (mg/L)	加入10 mg/L 标准贮备液体积 (mL)	定容溶剂	定容体积 (mL)
0	0		100
0.05	0.5		100
0.1	1	5% HNO <sub>3</sub> 水溶液	100
0.2	2		100
0.5	5		100
1	10		100

该标准溶液在室温下保存，现配现用。

### 3.3.4 样品前处理流程

(1) 烟用接装纸：称取约0.5 g样品，置于微波消解罐中，依次加入5 mL硝酸，1 mL双氧水，1 mL盐酸和1 mL氢氟酸，进行微波消解；消解完成后冷却到室温，用超纯水定容到50 mL，使用ICP-OES分析。

(2) 烟草：称取约0.5 g样品于微波消解罐中，加入4 mL浓硝酸，电热板微热，待反应缓和后，再加入4 mL浓硝酸和2 mL双氧水，进行微波消解，消解完成后冷却到室温，用超纯水定容到50 mL，使用ICP-OES分析。

### 3.3.5 微波消解升温程序

表 4 升温程序

步骤	温度 (°C)	时间 (min)	功率 (w)
1	70	3	1000
2	50	2	0
3	210	25	1000
4	180	3	0
5	200	2	1000
6	200	25	1000

### 3.3.6 ICP-OES分析条件

分析仪器：ICPS-7510

高频频率：27.12 MHz

高频输出功率：1.2 kW

冷却气：Ar 14 L/min

等离子气：Ar 1.2 L/min

载气：Ar 0.7 L/min

观测方向：纵向

进样：同心雾化器，旋流雾室

观测高度：15 mm

积分时间：2 s

### 3.3.7 质控样品制备

- ①制备方法空白，重复步骤(3.3.4)，不加样品。
- ②制备空白加标溶液，重复步骤(3.3.4)，加入1 mL 10 mg/L标准溶液标准溶液，不加样品。
- ③制备样品加标溶液，重复步骤(3.3.4)，加入1 mL 10 mg/L标准溶液。
- ④重复步骤(3.3.4)，每批制备至少两个平行样。

### 3.4 结果计算与评估

(1) 测定元素的含量计算公式

$$W = C \times V / M$$

W = 元素在样品中的含量(mg/kg)

C = 仪器读数(mg/L)

V = 样品定容体积(mL)

M = 称取样品的重量(g)

(2) 质量控制的数据及标准

表 5 质量控制的数据及标准

质控项目	测试溶液	标准	测试频率
标准曲线	-	$r > 0.999$	每天
曲线回读	0.2 mg/L	回收率：90 ~ 110%	每批
方法空白	-	$< 0.1 \text{ mg/L}$	每批
空白加标	0.2 mg/L	回收率：90 ~ 110%	每批
样品加标	0.2 mg/L	回收率：90 ~ 110%	每批
平行样	-	相对偏差 $< \pm 20\%$	每批

### 3.5 分析测试流程

表 6 烟用接装纸的检测流程图

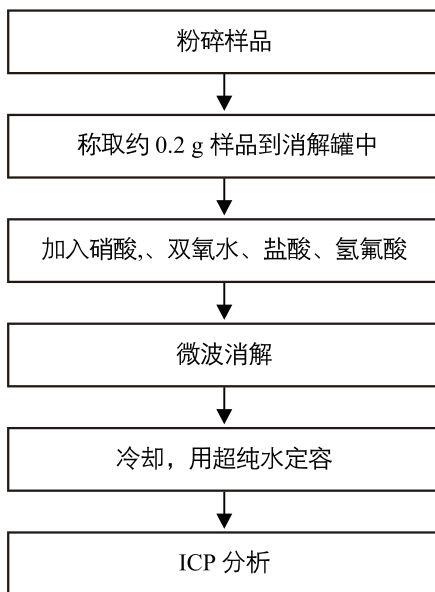
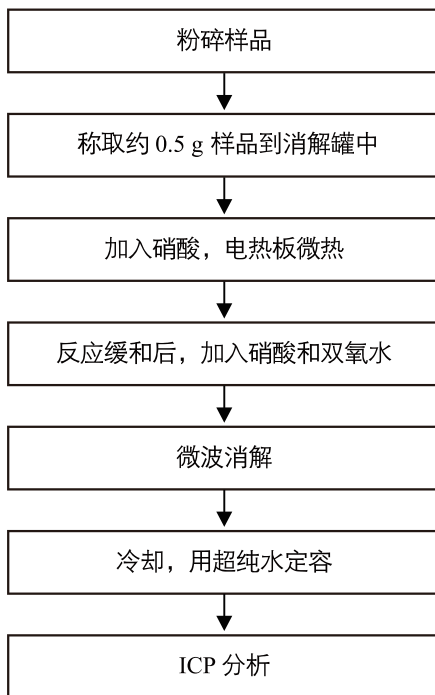


表 7 烟草的检测流程图





样品粉碎



样品称量



罐内加酸



预热消解



微波消解



转移定容



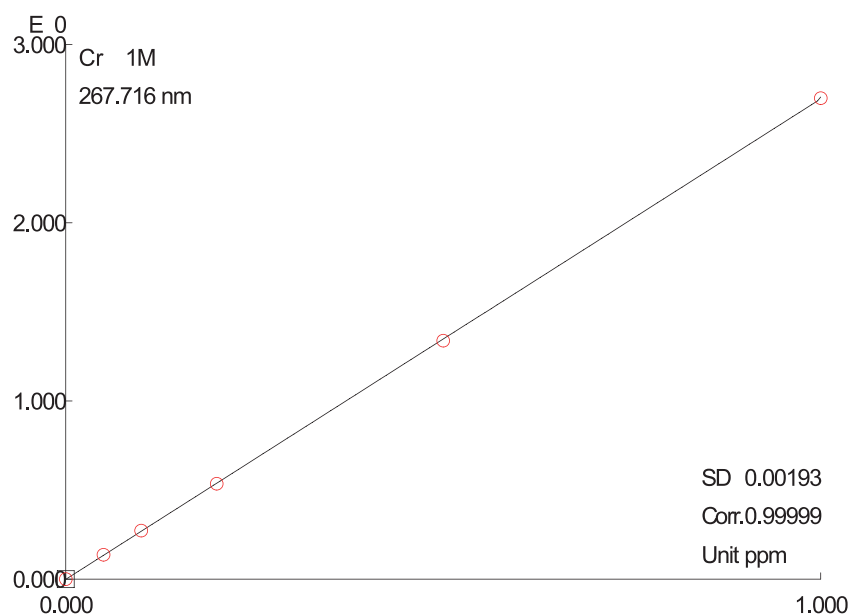
分析测试

## 4. 实验结果

### 4.1 各元素的标准曲线及谱峰轮廓

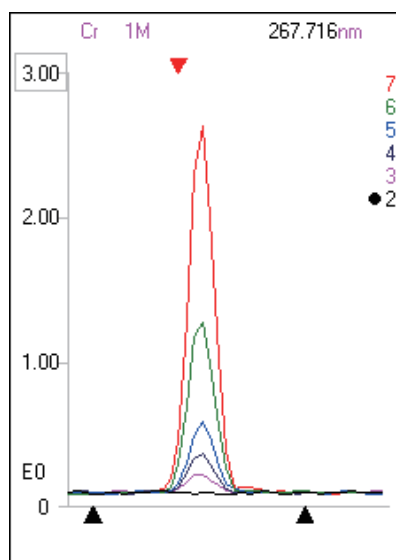
(1) Cr 的标准曲线

元素	标液类型	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Cr	浓度 (mg/L)	0	0.05	0.1	0.2	0.5	1.0
	强度	-0.00010	0.13684	0.27202	0.53508	1.33775	2.69934



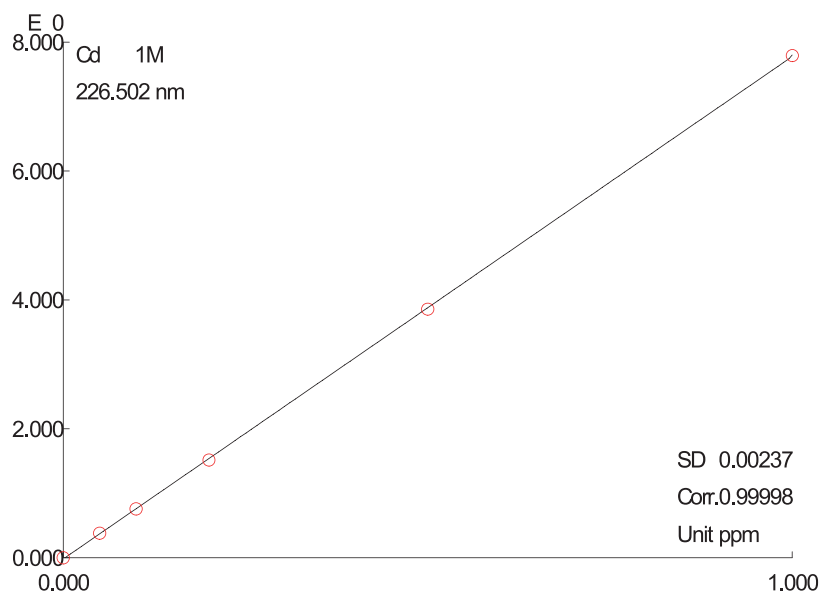
Coeff.:  
a = 0.0000e+000  
b = 0.0000e+000  
c = 3.7095e-001  
d = 3.8669e-004

Cr元素标准曲线谱峰轮廓:



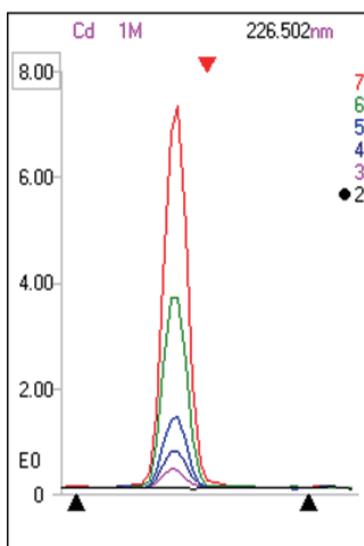
(2) Cd 的标准曲线

元素	标液类型	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Cd	浓度 (mg/L)	0	0.05	0.1	0.2	0.5	1.0
	强度	-0.00083	0.38168	0.75963	1.51635	3.85736	7.79182



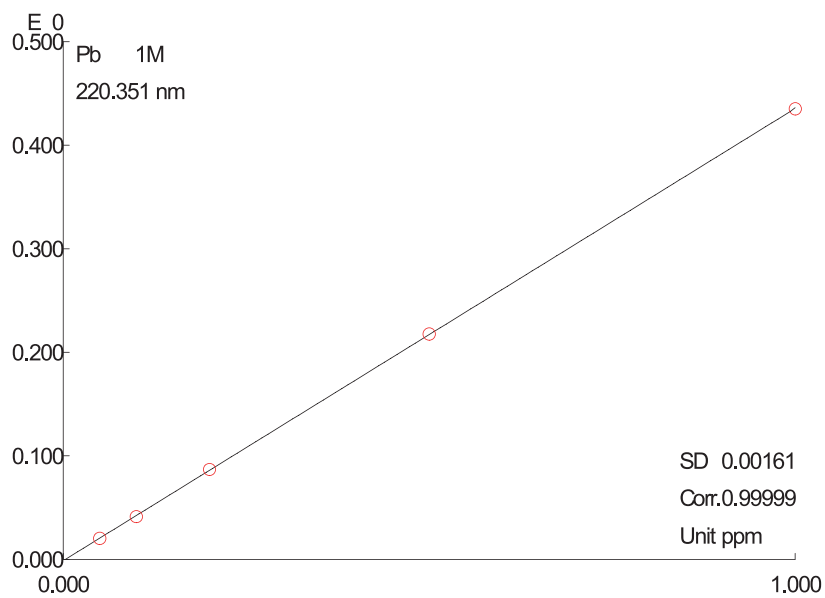
Coeff.:  
 a = 0.0000e+000  
 b = 0.0000e+000  
 c = 1.2826e-001  
 d = 2.5296e-003

Cd 元素标准曲线谱峰轮廓:



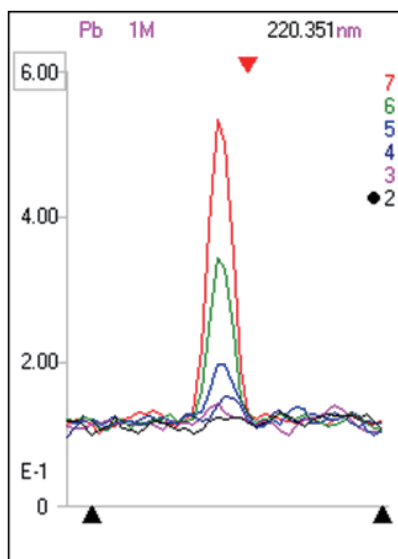
(3) Pb 的标准曲线

元素	标液类型	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Pb	浓度 (mg/L)	0	0.05	0.1	0.2	0.5	1.0
	强度	-0.00103	0.02028	0.04128	0.08693	0.21762	0.43519



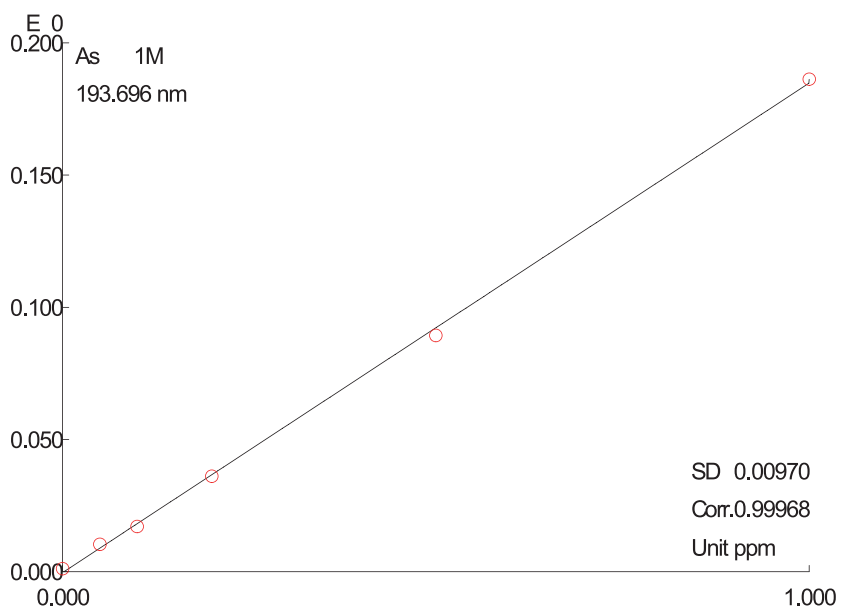
Coeff.:  
 a = 0.0000e+000  
 b = 0.0000e+000  
 c = 2.2893e+000  
 d = 2.9917e-003

Pb 元素的标准曲线谱峰轮廓:



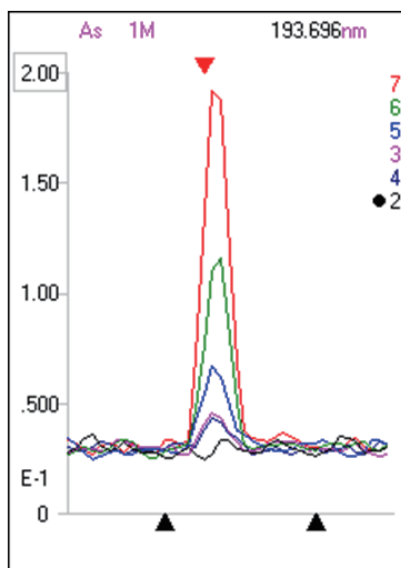
(4) As的标准曲线

元素	标液类型	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
As	浓度 (mg/L)	0	0.05	0.1	0.2	0.5	1.0
	强度	0.00116	0.01034	0.01712	0.03611	0.08937	0.18629



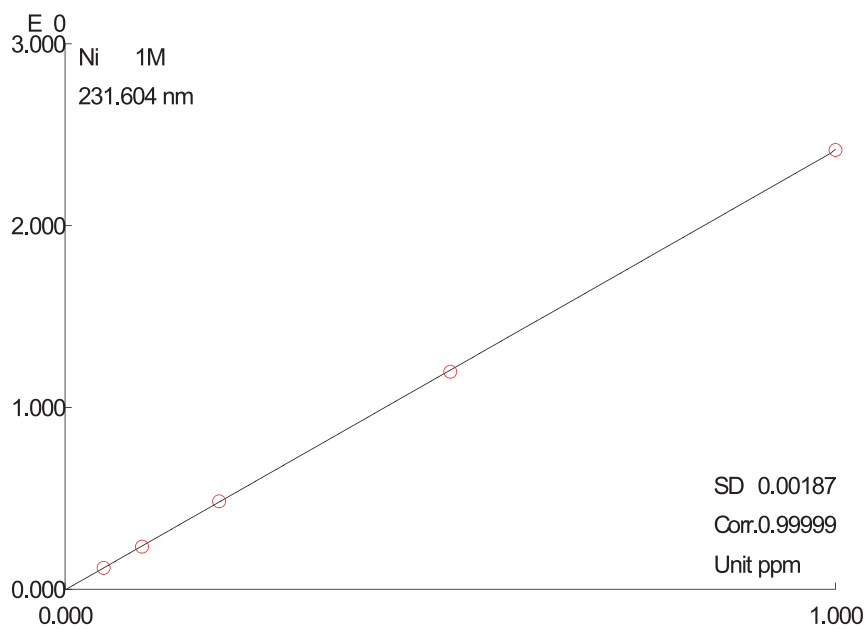
Coeff.:  
 a = 0.0000e+000  
 b = 0.0000e+000  
 c = 5.4004e+000  
 d = 1.9580e-003

As的标准曲线谱峰轮廓



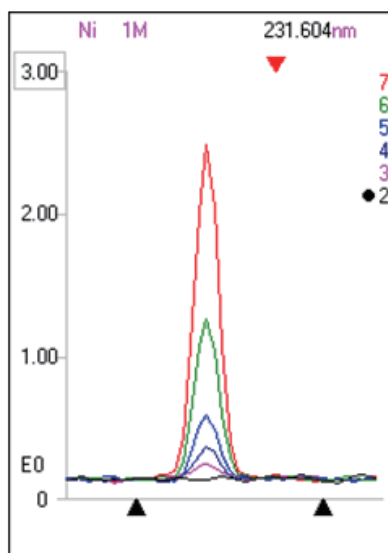
(5) Ni的标准曲线

元素	标液类型	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Ni	浓度 (mg/L)	0	0.05	0.1	0.2	0.5	1.0
	强度	-0.00080	0.11773	0.23477	0.48312	1.19671	2.41594



Coeff.:  
 a = 0.0000e+000  
 b = 0.0000e+000  
 c = 4.1383e-001  
 d = 1.5812e-003

Ni的标准曲线谱峰轮廓:



#### 4.2 方法的检出限

仪器检出下限：对样品空白溶液的分析元素进行10次测定，取3倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的仪器检出下限。

方法检出下限：方法检出下限=仪器检出下限×定容体积÷称重  
其结果见表 8。

表 8 元素的方法检出下限

元素	标准偏差 (mg/L)	仪器检出下限 (mg/L)	方法检出下限 (mg/kg)
Cr	0.00066	0.00198	0.20
Ni	0.00060	0.00181	0.18
As	0.00367	0.01101	1.10
Cd	0.00024	0.00071	0.07
Pb	0.00194	0.00582	0.58

#### 4.3 方法空白和空白加标回收率

在微波消解罐中只加入消解试剂，按实验方法及测定条件测定，测试方法空白。在方法空白中加入待测元素标准溶液，按实验方法及测定条件测定，计算回收率。结果见表 9。

表 9 方法空白和空白加标回收率

元素	方法空白 (mg/L)	标准溶液添加量 (mg/L)	加标后溶液测定值 (mg/L)	空白加标回收率 (%)
Cr	0.0119	0.2	0.2161	102
Ni	0.0229	0.2	0.2320	105
As	0.0367	0.2	0.2094	86
Cd	0.0030	0.2	0.2058	101
Pb	0.0014	0.2	0.2052	102

#### 4.4 样品加标回收率

在样品中加入待测元素标准溶液，按实验方法及测定条件测定，计算回收率，结果见表 10。

表 10 样品加标回收率

元素	样品测试结果 (mg/L)	标准溶液添加量 (mg/L)	加标后溶液测试值 (mg/L)	样品加标回收率 (%)
Cr	0.0272	0.2	0.2185	96
Ni	0.0284	0.2	0.2358	104
As	0.0665	0.2	0.2405	87
Cd	0.0368	0.2	0.2248	94
Pb	0.0351	0.2	0.2425	104

#### 4.5 烟草测定结果

按实验方法对烟草进行分析，其结果见表 11。

表 11 烟草中重金属含量检测值

样品名称	重金属含量 (mg/kg)				
	Cr	Ni	As	Cd	Pb
SX	0.34	2.90	2.59	3.75	2.85
HM	0.49	2.54	2.94	2.61	2.58
HTS	1.18	2.13	1.65	3.11	2.55
WYS	1.12	2.08	2.21	3.70	2.78
NJ	1.08	2.98	2.05	2.77	1.78
HW	1.24	2.44	2.47	3.01	3.14
CBS	1.01	2.16	2.65	1.90	2.06
DQM	1.47	2.74	2.89	3.09	2.74

说明：方法检出下限(mg/kg)：Cr: 0.20；Cd: 0.07；Pb: 0.58；As: 1.10；Ni: 0.18

#### 4.6 烟用接装纸测定结果

按实验方法对烟用接装纸进行分析，其结果见表 12。

表 12 烟用接装纸中重金属含量检测值

样品名称	重金属含量 (mg/kg)				
	Cr	Cd	Pb	As	Ni
SX	1.07	0.33	1.26	<	<
HM	0.56	0.57	2.99	<	0.74
HTS	1.46	2.73	4.71	<	1.06
WYS	1.53	0.27	0.79	<	1.18
NJ	1.01	1.48	1.55	<	1.31
HW	1.48	0.61	3.99	1.62	<
CBS	5.76	0.60	2.11	<	<
DQM	1.30	0.96	4.78	<	1.04

说明：1. <：低于方法检出下限

2. 方法检出下限(mg/kg)：Cr: 0.20；Cd: 0.07；Pb: 0.58；As: 1.10；Ni: 0.18

## 5、结论

烟草中重金属含量受到产烟区重金属环境的影响，包括产烟区大气、降水、地表水及土壤中重金属含量等。烟草种植中重金属的来源主要有种子、农药、化肥、农家肥等。除了烟叶中含有的重金属外，卷烟在加工过程中也会引入重金属的污染物，如加工过程中使用的香精、香料及机械接触等。此外，不同的加工工艺也会影响卷烟成品中重金属的最终含量。

烟草中Cd、Cr、Pb、Ni、Cu、Hg、As等重金属元素，在烟草燃吸过程中以烟雾形式进入人体危害人体健康。因此，准确测定重金属元素的含量对于鉴别和判断卷烟品质具有重要意义。目前，烟草中重金属离子的检测方法主要有高效液相色谱法、分光光度法、原子光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法等。现烟草中重金属离子的检测方法各有优缺点。其中应用最多的是原子光谱法，其具有灵敏度高、选择性好、测定范围广等特点。使用岛津电感偶和等离子体发射光谱仪，可快速有效的测定烟草制品及其卷烟纸中的重金属元素。



本公司三条工厂获得 ISO 认证

JQA-0376

## ⊕ 岛津企业管理 ( 中国 ) 有限公司 / 岛津 ( 香港 ) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

### 北京

北京市朝阳区朝外大街 16 号中国人寿大厦 14F  
 邮政编码: 100020  
 电话: (010) 8525-2310/2312  
 传真: (010) 8525-2326/2329

### 上海

上海市淮海西路 570 号红坊 E 楼  
 邮政编码: 200052  
 电话: (021) 2201-3888  
 传真: (021) 2201-3555

### 沈阳

沈阳市和平区南京北街 161 号嘉润·东方香榭里大厦 C 座 14 层  
 邮政编码: 110001  
 电话: (024) 2383-6735  
 传真: (024) 2383-6378

### 四川

成都市锦江区创意产业商务区三色路 38 号博瑞创意成都 B 座 12 层  
 邮政编码: 610015  
 电话: (028) 8619-8421/8422  
 传真: (028) 8619-8420

### 武汉

武汉市汉口建设大道 568 号新世界国贸大厦 1 座 41 层 4116 室  
 邮政编码: 430022  
 电话: (027) 8555-7910  
 传真: (027) 8555-7920

### 广州

广州市流花路 109 号之 9 达宝广场 703-706 室  
 邮政编码: 510010  
 电话: (020) 8710-8603  
 传真: (020) 8710-8698

### 西安

西安市南二环西段 88 号老三届世纪星大厦 24 层 G 座  
 邮政编码: 710065  
 电话: (029) 8838-6016  
 传真: (029) 8838-6497

### 乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路 339 号中泉广场 14 层 H 座  
 邮政编码: 830000  
 电话: (0991) 230-6271/6272  
 传真: (0991) 230-6273

### 昆明

昆明市青年路 432 号天恒大酒店 908 室  
 邮政编码: 650021  
 电话: (0871) 315-2987  
 传真: (0871) 315-2991

### 南京

南京市中山南路 49 号商茂世纪广场 23 层 A1 座  
 邮政编码: 210005  
 电话: (025) 8689-0278  
 传真: (025) 8689-0237

### 重庆

重庆市渝中区青年路 38 号重庆国贸中心 1702 室  
 邮政编码: 400010  
 电话: (023) 6380-6057/6058  
 传真: (023) 6380-6551

### 深圳

深圳市福田区福华一路 98 号卓越大厦 15 楼 1 号  
 邮政编码: 518040  
 电话: (0755) 8340-2852  
 传真: (0755) 8389-3100

### 河南

郑州市郑东新区金水东路 21 号永和国际广场 A 区 14 层 1405、1406 室  
 邮政编码: 450046  
 电话: (0371) 8663-2981/2983  
 传真: (0371) 8663-2982

### 香港

Suite 1028, Ocean Centre, Harbour City.  
 Tsim Sha tsui, Kowloon, Hong-Kong  
 电话: (00852) 2375-4979  
 传真: (00852) 2199-7438

用户服务热线电话: 800-8100439  
 400-6500439

本产品样本所宣传的内容, 以本版本为准  
 样本中的试验数据除注明外为本公司的试验数据

日本总公司工厂已通过 ISO 质量·环境管理体系的认证

注: 此样本所有信息仅供参考, 如有变动恕不另行通知  
 印刷日期: 2013 年 1 月