

ICP-AES 测定烟草及其制品中的铅镉铬镍含量

ICP-074

摘要: 本文参考标准, SN/T 1911-2007《进出口卷烟纸中铅、砷含量的测定电耦合等离子体原子发射光谱法》, 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》, 使用硝酸高氯酸湿法消解测定了烟草和烟用接装纸中的铅、镉、铬、镍含量。实验结果表明铅在 0 ~ 100 μg/L, 镉在 0 ~ 10 μg/L, 铬、镍在 0 ~ 50 μg/L 范围内有良好的线性关系, 相关系数 $r \geq 0.9998$, 铅、镉、铬、镍仪器检出限分别为 2.0 μg/L、0.35 μg/L、1.26 μg/L, 加标回收率在 83 ~ 115% 之间, 结果良好, 可以满足烟草制品中上述元素的测定要求。

关键词: ICP-AES 烟草 烟纸 铅 镉 铬 镍

中国是世界最大的烟草消费国之一, 中国人消费的香烟约占世界香烟产量的二分之一。中国的烟叶生产量及成品烟的销售量也各占世界的 1/3。烟株在生长过程中会吸收土壤中的重金属, 并能通过吸烟过程进入人体, 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。因此, 快速准确地测定卷烟中的重金属含量显得十分必要。

浓硝酸: 优级纯

高氯酸: 分析纯

1.3 样品的前处理

称约 0.5 g (精确至 0.0001 g) 样品于 100 mL 烧杯中, 加入 4 mL 硝酸, 1 mL 高氯酸, 少量水放置于电热板上低温加热至样品溶解, 再升高温度至消解液蒸至近干, 加 1 mL 硝酸, 少量水微热溶解样品, 将消解液转移至 25 mL 容量瓶中用纯水定容至刻度。同时做样品空白实验。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 试剂

结果与讨论

2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1

表1 仪器工作条件

| 观测方向 | 雾化器类型 | 矩管类型 | 雾化室 | 灵敏度 | 等离子气流速 (L/min) | 辅助气流速 (L/min) | 载气流速 (L/min) | 高频功率 (kW) | 曝光时间 (s) |
|------|-------|------|-----|-----|----------------|---------------|--------------|-----------|----------|
| 轴向 | 同心 | 微型 | 旋流 | 高 | 10 | 0.6 | 0.7 | 1.2 | 30 |

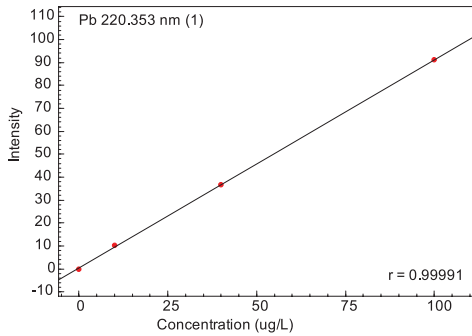
2.2 标准曲线的制作

各标准点浓度如下表 2 所示

表2 标准溶液浓度表

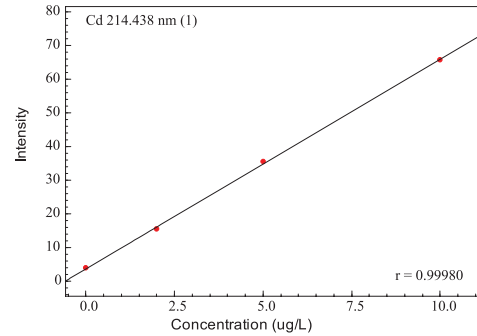
| 元素 | 分析波长 (nm) | 标准曲线浓度 (μg/L) | | | |
|----|-----------|---------------|----|----|-----|
| Pb | 220.353 | 0 | 10 | 40 | 100 |
| Cd | 214.438 | 0 | 2 | 5 | 10 |
| Cr | 205.552 | 0 | 10 | 20 | 50 |
| Ni | 221.647 | 0 | 10 | 20 | 50 |

标准曲线如下



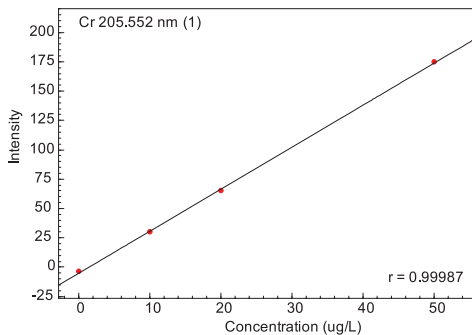
计算公式: $\text{Conc.} = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 1.102629 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.6257055 零截距: 无
 检出限(3σ) = ??? 定量下限(10σ) = ???

图1 铅的标准曲线图



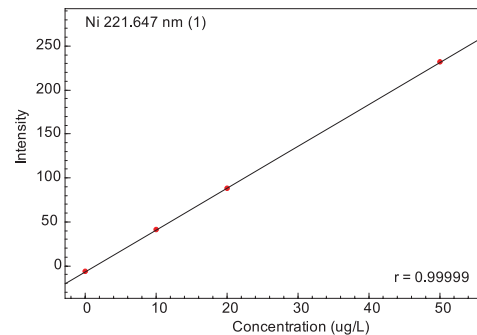
计算公式: $\text{Conc.} = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.1607419 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.6102535 零截距: 无
 检出限(3σ) = ??? 定量下限(10σ) = ???

图2 镉的标准曲线图



计算公式: $\text{Conc.} = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.2794833 权重: 无
 b = 0.0000000 d = 1.318745 零截距: 无
 检出限(3σ) = ??? 定量下限(10σ) = ???

图3 铬的标准曲线图



计算公式: $\text{Conc.} = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.2099292 权重: 无
 b = 0.0000000 d = 1.370016 零截距: 无
 检出限(3σ) = ??? 定量下限(10σ) = ???

图4 镍的标准曲线图

2.4 谱线轮廓图

各元素的轮廓图如下:

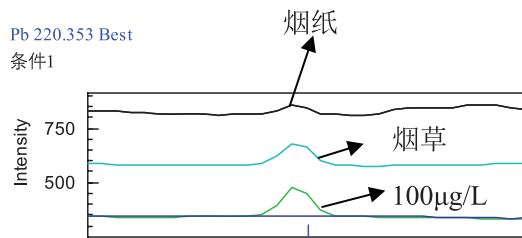


图5 铅的谱峰轮廓图

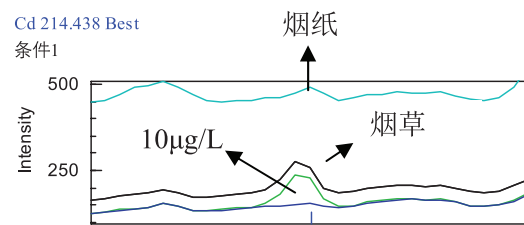


图6 镉的谱峰轮廓图

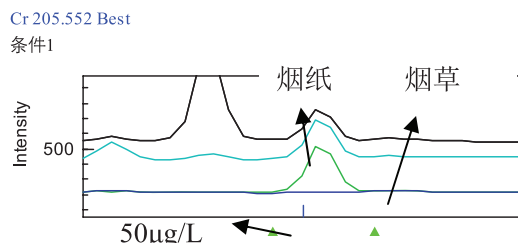


图7 铬的谱峰轮廓图

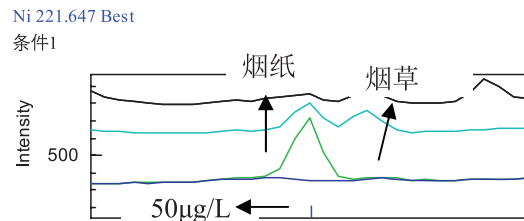


图8 镍的谱峰轮廓图

2.5 仪器检出限

利用工作曲线对样品空白溶液进行 10 次测定, 以 3 倍空白溶液浓度的标准偏差算得铅、镉、铬、镍的仪器检出限分别为 2.0 μg/L、0.35 μg/L、1.26 μg/L。

2.6 样品加标回收率

称相当量的样品加入一定量的标准溶液，按同样的方法进行前处理，样品测定结果及加标回收率结果见表3。

表3 样品加标回收率 (单位: $\mu\text{g/L}$)

| 样品名称 | 测定元素 | 测定值 | 加标量 | 加标后测定结果 | 回收率 (%) |
|------|------|------|-----|---------|---------|
| 烟草 | 铅 | 75.9 | 20 | 99.0 | 115.5 |
| | 镉 | 93.8 | 20 | 112.0 | 91 |
| | 铬 | 40.8 | 10 | 51.1 | 103 |
| | 镍 | 22.0 | 10 | 30.3 | 83 |
| 烟纸 | 铅 | 30.5 | 20 | 51.9 | 107 |
| | 镉 | 2.20 | 2 | 3.97 | 88.5 |
| | 铬 | 31.8 | 10 | 42.0 | 102 |
| | 镍 | 6.22 | 10 | 15.3 | 90.8 |

表4 样品中各元素含量测定结果

| 样品名 | 称样量 (g) | 元素 | 空白 ($\mu\text{g/L}$) | 测定结果 ($\mu\text{g/L}$) | 样品含量 (mg/kg) |
|-----|---------|----|------------------------|--------------------------|--------------|
| 烟草 | 0.5007 | Pb | 28.5 | 75.9 | 2.37 |
| | | Cd | 2.06 | 93.8 | 4.58 |
| | | Cr | 11.4 | 40.8 | 1.47 |
| | | Ni | N.D | 22.0 | 1.10 |
| 烟纸 | 0.5050 | Pb | 28.5 | 30.5 | 0.10 |
| | | Cd | 2.06 | 2.20 | 0.01 |
| | | Cr | 11.4 | 31.8 | 1.01 |
| | | Ni | N.D | 6.22 | 0.31 |

结论

采用硝酸、高氯酸湿法消解的前处理方式，电感耦合等离子体发射光谱测定了烟草及烟纸中的铅、镉、铬、镍含量，实验结果表明铅、镉、铬、镍仪器检出限分别为 $2.0 \mu\text{g/L}$ 、 $0.35 \mu\text{g/L}$ 、 $1.26 \mu\text{g/L}$ ，加标回收率在 83 ~ 115% 之间，结果良好，该方法具有灵敏度高，测定快速的特点，可以满足烟草制品中上述元素的测定要求。