

HVG-ICP-AES 测定烟草及其制品中的砷汞含量

ICP-081

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 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》, 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》。使用微波消解, 氢化物发生器测定了烟草和烟用接装纸中的砷、汞含量。实验结果表明砷在 0 ~ 10 μ g/L, 汞在 0 ~ 1 μ g/L 范围内有良好的线性关系, 相关系数 $r \geq 0.9988$, 砷、汞仪器检出限分别为 0.39 μ g/L、0.03 μ g/L, 加标回收率在 93.0 ~ 108.5 % 之间, 结果良好, 可以满足烟草制品中砷、汞元素的测定要求。

关键词: ICP-AES 烟草 烟纸 砷汞

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。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪 HVG-1 氢化物发生器

1.2 试剂

浓硝酸: 优级纯

硫脲 - 抗坏血酸: 称硫脲 12.5 g 加 80 mL 水加热溶解后加 12.5 g 抗坏血酸, 溶解后转移定容至 100 mL。

1.3 样品的前处理

称取 0.5 g 烟草样品于 50 mL 消解罐中, 加入 5 mL 硝酸室温静置 15 min 后, 加盖放于微波消解仪中消解, 完成后冷却至室温, 低温赶酸至 2 mL 左右, 加 4 mL 硫脲 - 抗坏血酸还原液, 用纯水定容至 50 mL 容量瓶中, 待测。

结果讨论

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 (μ g/L)			
As	193.759	0.0	2.0	5.0	10
Hg	184.950	0.0	0.2	0.5	1.0

标准曲线如下

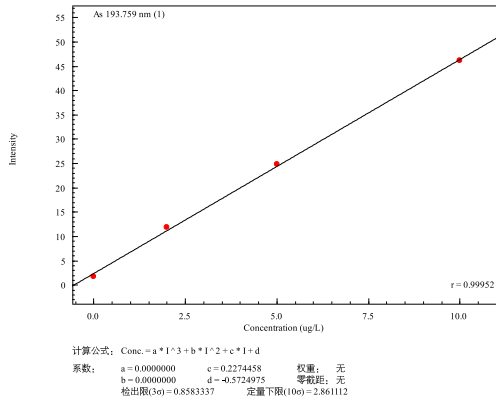


图1 砷的标准曲线图

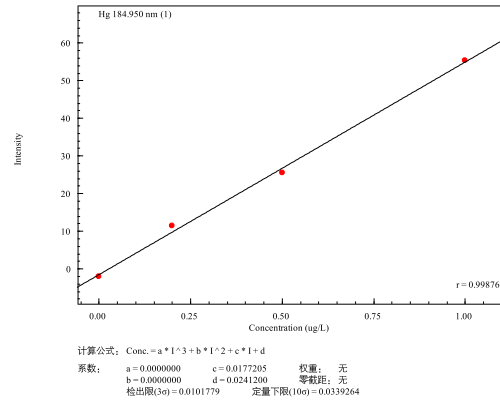


图2 汞的标准曲线图

2.3 谱线轮廓图

各元素的轮廓图如下:

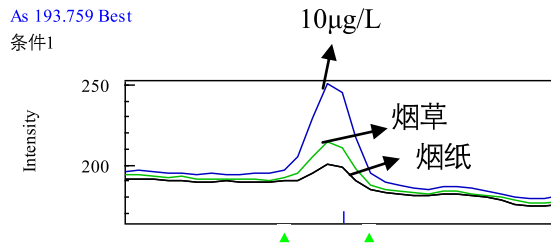


图 5 砷的谱峰轮廓图

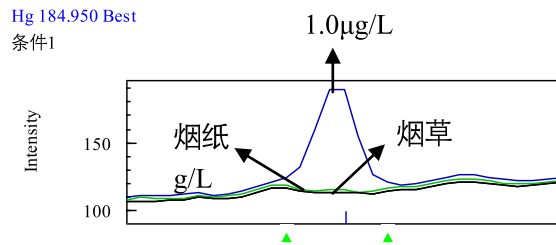


图 6 汞的谱峰轮廓图

2.4 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砷、汞的仪器检出限分别为 0.39 μg/L、0.03 μg/L。

2.5 样品加标回收率

向烟草样品中加入一定量的标准溶液, 做加标回收率实验, 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: μg/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	砷	3.93	2.00	6.10	108.5
	汞	N.D	0.20	0.202	101.0
烟纸	砷	1.79	2.00	3.65	93.0
	汞	N.D	0.20	0.188	94.0

表4 样品中各元素含量测定结果

样品名	称样量(g)	元素	测定结果(μg/L)	样品含量(mg/kg)
烟草	0.5035	As	3.93	0.39
		Hg	N.D	N.D
烟纸	0.5066	As	1.79	0.18
		Hg	N.D	N.D

■ 结论

采用微波消解的前处理方式，电感耦合等离子体发射光谱配合氢化物发生器附件测定了烟草及烟纸中的砷、汞含量，实验结果表明砷、汞仪器检出限分别为 0.39 $\mu\text{g/L}$ 、0.03 $\mu\text{g/L}$ ，加标回收率在 93.0 ~ 108.5 % 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砷、汞的测定要求。