

原子吸收光谱法测定香烟烟气中重金属的含量

祁争健¹, 王 瑞², 王宏义²

(1. 东南大学 化学化工系, 江苏 南京 210096; 2 南京卷烟厂, 江苏 南京 210012)

摘要: 用原子吸收、荧光光谱法测定了不同品种香烟烟气的水吸收液中铅(Pb)、镉(Cd)、铬(Cr)、汞(Hg)的含量, 并用等离子体发射光谱法进行比较测定。结果表明, 原子吸收光谱法具有灵敏度高、干扰小、快捷的优点。方法回收率为 98%~100%, 相对标准偏差小于 5.0%。实际样品测定结果令人满意。

关键词: 重金属; 烟气; 原子吸收光谱; 荧光光谱; 电感耦合等离子体发射光谱法

中图分类号: O641; O657.31 文献标识码: A 文章编号: 1004-4957(2004)04-0107-03

Determination of Heavy Metals in Cigarette Smoke by Atomic Absorption Spectrophotometry

QI Zheng_jian¹, WANG Rui², WANG Hong_yi²

(1. Department of Chemistry and Chemical Engineering, Southeast University, Nanjing 210096, China;

2. Nanjing Cigarette Factory, Nanjing 210012)

Abstract: Lead, Chromium, Cadmium and Mercury in cigarette smoke have been determined by atomic absorption and atomic fluorescence spectrophotometry with satisfactory results. The recoveries of the standard addition were in the range of 98%~100% and the RSD was less than 5.0%. Compared with ICP-AES, they are more sensitive, less interferential and easier to operate.

Key words: Heavy metal; Cigarette smoke; Atomic absorption spectrophotometry; Atomic fluorescence spectrophotometry; ICP-AES

目前, 吸烟已成为人们普遍重视的社会问题和健康问题。国内外都在积极开展降低烟气危害的研究并对香烟烟气建立了相关的检测标准^[1], 检测方法大多是采用吸烟机模拟人体吸烟, 捕集烟气中粒相物和气相物质, 测定 CO、烟碱、焦油的含量。

香烟烟叶由于受其生长环境的污染以及烟叶自身种类特点的影响, 都会含有一定量的重金属等有害元素, 如铅(Pb)、铬(Cr)、镉(Cd)、汞(Hg)等, 朱志国^[2]等人用火焰原子吸收光谱法测定了香烟中钾、钙、锰、铬、镉的含量, 而对烟气中的金属特别是重金属含量的测定国内目前尚未见文献报道。研究^[3,4]表明, 香烟烟气的水溶性部分较易被肺泡组织吸收, 对身体内各部分造成伤害的应主要是香烟烟气的水溶性成分。因此对烟气水吸收液中重金属铅、汞、铬、镉含量的测定是有意义的。本文采用原子吸收、荧光光谱法测定了不同品种香烟烟气的水吸收液中 Pb、Cd、Cr、Hg 的含量, 并用等离子体发射光谱法进行比较测定, 获得满意结果。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器: 日立 180_80 原子吸收光谱仪(石墨炉), 原子荧光光谱仪 AF610A(日本日立), TJA_1100 真空型 ICP-AES 电感耦合等离子体发射光谱仪(日本岛津)。

试剂: 盐酸(工艺超纯, 海来泽精细化学品研究所), 硝酸(电子纯, 上海化学试剂厂), 二次蒸馏水。

1.2 试样的制备

烟支来源: 南京卷烟厂。

烟气水吸收液试样的制备^[6]: 把香烟的滤嘴插入单项气吹的进气端, 用软管把出气端与另一个有细密小孔的出气嘴相连, 出气嘴浸入盛有 500 mL 二次蒸馏水的烧杯中, 点燃香烟, 缓缓抽吸, 使烟雾以小泡状缓缓通过蒸馏水, 直至香烟燃毕为止。如此连续燃 20 支烟, 定容至 500 mL。制得烟

收稿日期: 2003-07-07; 修回日期: 2004-04-19

作者简介: 祁争健(1964-), 女, 江苏南京人, 副教授, 硕士。

气的水吸收液试样。

1.3 测定

Pb、Cd、Cr 用石墨炉原子吸收光谱仪测定。其中 Pb 的测定波长为 283.3 nm, 狭缝 1.3 nm, 灯电流 7.5 mA, 干燥条件 80~120 °C、30 s, 灰化条件 400 °C、30 s, 原子化条件 2000 °C、3 s, 清除条件 2400 °C、3 s。Cd 的测量波长为 228.8 nm, 狭缝 1.3 nm, 灯电流 7.5 mA, 干燥条件 80~120 °C、30 s, 灰化条件 300 °C、30 s, 原子化条件 1500 °C、3 s, 清除条件 1800 °C、3 s。Cr 的测定波长为 357.9 nm, 狭缝 0.7 nm, 灯电流 5 mA, 干燥条件 80~120 °C、25 s, 灰化条件 600 °C、25 s, 原子化条件 2700 °C、3 s, 清除条件 2800 °C、3 s。3 元素的氩气流速均为 200 mL/min。

Hg 用原子荧光光谱仪测定, 负高压 430 V, 载气 600 mL/min, 屏蔽气 45 mL/min。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线的绘制

用 Pb、Cd、Cr、Hg 的标准储备液(1000 mg/L) 逐级稀释配制成 10.0、1.0、0.1、0.01 mg/L 的标准应用溶液, 然后再分别配制各元素的标准系列浓度, 测定。以测得响应值对相关浓度回归, 获得各元素的标准曲线, 见表 1。

表 1 各元素的标准曲线
Table 1 Standard curves for the elements

Element	Linear equation ^a	Correlative coefficient <i>r</i>	Linear range $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$
Pb	$y = 0.0112x + 0.004$	0.996	0.005~100
Cd	$y = 0.1501x + 0.007$	0.997	0.0005~5
Cr	$y = 0.000896x + 0.0018$	0.997	0.002~25
Hg	$y = 0.0505x + 0.0127$	0.996	0.004~3

* *x*: absorbance; *y*: $\mu\text{g/L}$

2.2 回收率实验

取烟气水吸收液 1[#], 分成 12 份, 3 份为一组。分 3 个不同加入量分别准确加入 Pb、Cd、Cr、Hg 标准应用溶液, 按样品测定方法进行加标回收率测定, 评价方法的准确度, 结果见表 2。

表 2 加标回收率的测定
Table 2 The recovery of the standard addition in sample 1[#] (*n* = 3)

Sample	Sample content <i>m</i> / μg	Added <i>m</i> _A / μg	Found <i>m</i> _F / μg	Recovery <i>R</i> /%
Pb	1.20	5.00	6.33	100
		10.00	10.98	
		50.00	51.21	
Cd	2.61	0.50	3.17	100
		2.00	4.55	
		5.00	7.67	
Cr	2.10	2.00	4.06	99
		10.00	12.02	
		25.00	26.85	
Hg	0.43	0.50	0.90	98
		2.50	1.88	
		3.00	3.39	

2.3 精密度实验

用 1.2 试样制备的方法制备成烟气水吸收液 1[#], 用 1.3 的方法测定, 平行 7 次, Pb、Cd、Cr、Hg 4 种元素的相对标准偏差分别为 3.4%、1.3%、2.5%、4.7%。

2.4 实际样品测定

取 4 种牌号的烟支各 20 支, 用 1.2 方法制备成烟气水吸收液 1[#]、2[#]、3[#]、4[#], 用 1.3 的方法测定, 并与 ICP-AES 测定结果比较, 结果见表 3。

表3 样品的测定结果
Table 3 Determination results of samples

Sample	$\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})[\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{branch}^{-1})]$			
	Pb	Cd	Cr	Hg
1 [#]	1.20(0.03)	2.61(0.07)	2.1(0.05)	0.43(0.01)
2 [#]	1.36(0.03)	3.01(0.08)	3.2(0.08)	0.77
3 [#]	1.03(0.03)	2.70(0.07)	5.3(0.13)	0.41(0.01)
4 [#]	1.21(0.03)	2.46(0.06)	3.6(0.09)	0.51(0.01)
4 [#] ICP-AES $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	not detected	not detected	not detected	not detected

2.5 结论

实验结果表明, 香烟烟气中含有一定量的有害重金属, 但含量并不很高, 属痕量级。参照我国国家食品重金属允许量标准, $\text{Pb} < 2 \text{ mg/kg}$ 、 $\text{Cd} < 0.2 \text{ mg/kg}$ 、 $\text{Hg} < 0.5 \text{ mg/kg}$, 则远未超标。

烟气水溶物中的重金属含量较低, 有些已低于某些 ICP 法的检出限($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$), 而原子吸收光谱法测定卷烟烟气水吸收液中的重金属含量, 灵敏度高、干扰小、简便、快捷, 方法的回收率在 98% ~ 100%, 相对标准偏差小于 5.0%, 所测定的实际样品, 结果令人满意。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国国家标准. 卷烟主流烟气与烟丝化学技术指标[S]. GB- 5606. 5, 1996.
- [2] 朱志国, 王桂贤, 程静华. 用火焰原子吸收法测定十种香烟中钾、钙、锰、铬和镉[J]. 光谱学与光谱分析, 1999, 19(2): 210- 211.
- [3] 沈维干, 李朝军. 香烟烟雾水溶物对雌性小鼠生殖毒性的研究[J]. 中国公共卫生, 2000, 16(3): 196- 199.
- [4] 嵇庆. 香烟烟雾水溶物诱发蚕豆根尖细胞微核的研究[J]. 遗传, 1995, 17(3): 35- 38.

Ref NO .20040422

“仪器论坛”全面改版

互联网的互动性可以帮助身在不同地方的人就某个问题共同进行讨论交流。“仪器论坛”给分析测试工作者提供了一个网上交流讨论技术问题、结交业界同仁的平台。自开通以来, 受到了大家的欢迎, 很多人通过论坛, 解决了工作中遇到的一些实际问题, 并因此与网上的同行成为了好朋友。

近期, 仪器信息网(www.instrument.com.cn)将仪器论坛进行了全面改版, 在原有“色谱”、“光谱”、“质谱”、“核磁”、“电化学”、“热分析”、“显微镜”等几十个仪器子论坛的基础上, 又新增了以下几个行业仪器子论坛: 生化仪器, 环境监测仪器, 农药残留检测仪器, 石油产品专用仪器, 纺织产品专用仪器以及煤炭行业专用仪器。

另外, 还针对用户比较集中的问题, 新开辟了“样品处理”、“实验室管理(LIMS)”论坛。

欢迎大家前往讨论交流, 网址为: bbs.instrument.com.cn

另外, “仪器论坛”也希望与更多的相关单位共同建设, 并有多个子论坛在招聘版主, 请愿意为业界同行贡献业余时间的专业人士与仪器信息网联系, 联系电话: 010- 68432936, 68432939。

(仪器信息网 www.instrument.com.cn 供稿)

2004- 4- 22