轻工学报® 2019 年 9 月 第 34 卷 第 5 期
JOURNAL OF LIGHT INDUSTRY Vol. 34 No. 5 Sep. 2019

引用格式:马胜楠,王建民,冯亚婕,等. 原子吸收法测定烟灰中金属元素含量的前处理方法改进[J]. 轻工学报,2019,34(5):32 - 39.
中图分类号:TS452 **文献标识码**:A
DOI:10.3969/j.issn.2096 - 1553.2019.05.005
文章编号:2096 - 1553(2019)05 - 0032 - 08

原子吸收法测定烟灰中金属元素含量的前处理方法改进

Improvement of pretreatment method for determination of metal elements in cigarette ash by atomic absorption spectrometry

马胜楠,王建民,冯亚婕,赵怡凡,杨晗钰
MA Shengnan, WANG Jianmin, FENG Yajie, ZHAO Yifan, YANG Hanyu

郑州轻工业大学 食品与生物工程学院,河南 郑州 450001
College of Food and Biological Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China

关键词:
卷烟烟灰;灰化;微波消解;原子吸收法;金属元素测量

Key words:
cigarette ash; ashing; microwave digestion; atomic absorption spectromery; metal elements determination

摘要:针对原子吸收法测定卷烟烟灰中金属元素时,采用直接微波消解法处理样品所得消解液澄清度差、测定结果 *RSD* 偏高的问题,提出了先进行灰化再微波消解的干湿结合前处理方法,并对微波消解酸体系和马弗炉灰化条件进行了优化研究. 结果表明:酸体系主要影响测量结果的准确度,当 HNO_3,HF,H_2O_2 的体积比为 7∶0.5∶1.5 时,微波消解效果最好;灰化效果主要影响测量结果的 *RSD*,当样品质量取 0.10 g,灰化温度和时间分别取 600 ℃和 60 min 时,*RSD* 与预测值吻合较好;采用干湿结合法测量 K,Ca,Mg,Fe,Mn,Zn,Cu 7 种元素的含量,*RSD* 较直接微波消解法均大幅下降,加标回收实验结果显示各元素测定结果的 *RSD* 为 1.33% ~2.41%,平均回收率为 97.77% ~102.05%,说明该方法可重复性和准确度均较好,可为非均质化样品前处理方式的选择所借鉴.

收稿日期:2018 - 12 - 26;**修回日期**:2019 - 05 - 09
作者简介:马胜楠(1995—),女,河南省方城县人,郑州轻工业大学硕士研究生,主要研究方向为卷烟工艺.
通信作者:王建民(1963—),男,河南省安阳市人,郑州轻工业大学教授,主要研究方向为卷烟加工工艺.

Abstract: In the process of measuring the content of metal elements in cigarette soot by atomic absorption method, if the pre-treatment method was used directly, the clarity of the digesting solution was poor and the RSD of the measurement results were high. In order to solve this problem, a pre-treatment method of combined ashing and microwave digestion was proposed. The digestion acid system of microwave digestion and ashing conditions of the muffle furnace were optimized. The results showed that the acid system mainly affected the accuracy of the measurement results. When the volume ratio of HNO_3, HF and H_2O_2 was 7∶0.5∶1.5, the microwave digestion effect was the best. The ashing mainly influenced the RSD of the results. When the sample quality was 0.10 g, the ashing temperature and time were taken at 600 ℃ and 60 min, respectively, RSD values matched well with predicted values. Compared with direct microwave digestion, the RSD of potassium, calcium, magnesium, iron, manganese, zinc, and copper elements dropped dramatically, using the dry-wet combination method. The results of recovery experiments showed that the RSD of each element was 1.33% ~ 2.41% and the average recovery was 97.77% ~102.05%. Above all, this method had favorable repeatability and accuracy, and could be used for reference in the selection of pretreatment methods for homogenized samples.

0 引言

微波消解[1-2]是运用原子吸收法测定金属元素含量时常用的样品前处理方法.然而,在运用该方法测量卷烟烟灰中金属元素含量时,无论对酸体系如何进行优化,均存在测量结果稳定性差的问题,与文献报道[3-5]的重复性水平存在较大差距.这可能是由于卷烟燃烧形成的烟灰具有非均质性特征,既有卷烟纸和烟丝充分燃烧形成的粉质状烟灰,又有烟丝不完全燃烧产生的具有较强凝聚性的颗粒状烟灰,这种非均质性会造成比较大的取样误差,进而影响测量结果的可重复性.

针对直接微波消解法处理烟灰样品时存在的问题,本文提出一种先进行灰化再微波消解的样品前处理方法,即干湿结合法,并对微波消解酸体系和马弗炉灰化条件进行优化,以期探索一种适用于非均质化样品的前处理方法.

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

1.1.1 材料与试剂 材料:选择国内7种牌号常规规格市售卷烟作为评价与分析的试验样品,分别以1#—7#表示;7种卷烟的价格为5~100元/包;其中7#卷烟被用于测量方法的可行性评价.

试剂:HNO_3(分析纯),烟台市双双化工有限公司产;HF(分析纯),天津市富宇精细化工有限公司产;30% H_2O_2(分析纯),天津市凯通化学试剂有限公司产;氯化铯、硝酸镧六水合物(纯度99.99%),上海阿拉丁生化科技股份有限公司产;标准储备液为质量浓度1000 μg/mL的K,Ca,Mg,Fe,Mn,Zn,Cu 7种标准溶液,北京坛墨质检科技有限公司产;实验用水为超纯水.

1.1.2 主要仪器设备 AA240FS型原子吸收光谱仪,美国安捷伦公司产;SX3-5-12高效节能陶瓷纤维箱式电阻炉,北京科伟永兴仪器有限公司产;MARS 6CLASSIC微波消解仪,美国CEM公司产;EHD-40电热消解仪,北京东航科仪仪器有限公司产;QUINTIX22 4-1CN电子天平,德国SARTO RIUS公司产.

1.2 实验方法

将卷烟样品在温度(22±1)℃,相对湿度(60±2)%[6]条件下平衡48 h后,在静燃状态下收集烟灰,待用.

1.2.1 微波消解酸体系优化 在查阅文献[7-9]及前期探索实验的基础上,选用HNO_3体积(A)、HCl体积(B)、HF体积(C)和H_2O_2

体积(D)为试验因素,以 7 种金属元素测量值为试验指标(越高越好),通过四因素三水平正交试验优化酸体系. 因素水平见表 1.

试验步骤如下:

1)将烟灰样品在 550 ℃ 温度下灰化 5 h[10-11]后掺匀、备用.

2)准确称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)灰化样品置于聚四氟乙烯高压消解罐中,加入混酸,盖上表面皿,放入微波消解仪中消解. 消解结束后,将样品(呈无色或淡黄色透明状液体)置于与微波消解仪配套的赶酸仪中,在 130 ℃ 条件下赶酸 75 min 至近干,并将其转移到 50 mL 的容量瓶中,用 1% HNO_3 溶液定容,同时作双份空白样品,待测. 微波消解程序如表 2 所示.

表 1　微波消解正交试验因素水平表

Table 1　Factor level table for orthogonal test of microwave digestion　mL

水平	因素			
	A	*B*	*C*	*D*
1	7	2	1.5	1.5
2	6	1	1.0	1.0
3	5	0	0.5	0.5

表 2　微波消解程序

Table 2　The digestion procedure of microwave

步骤	爬升时间/min	温度/℃	保温时间/min	微波功率/W
1	5	120	5	1200
2	5	160	5	1200
3	5	210	25	1200

3)利用空气乙炔 - 火焰原子吸收法测定 7 种金属元素含量(测定 K,Ca 和 Mg 这 3 种元素时,将消解液稀释 100 倍),火焰原子吸收光谱仪最佳工作条件见表 3,根据预先制作的标准曲线计算测量结果.

为了综合评价酸体系对 7 种金属元素测量结果的影响,采用标准差标准化法[12],按式①将各种元素的测量结果进行无量纲标准化处理,以消除不同元素量纲的差异[13];然后将各元素的标准化数据等权重加和,综合值越高,表示测得的 7 种元素的总含量越高,即消解效果越好.

$$X_{ij}^{*} = \frac{X_{ij}\bar{x}_j}{S_j} \qquad ①$$

式中:X_{ij}^{*} 为标准化后的值,X_{ij} 为第 j 个变量的第 i 次实验值,$\bar{X}_j$ 为第 j 个变量的算术平均值,S_j 为第 j 个变量的标准差.

1.2.2　马弗炉灰化条件优化　在查阅文献[14-17]及前期实验基础上,以样品质量(X_1)、灰化温度(X_2)和灰化时间(X_3)作为影响因素,样品质量变化率(Y)作为试验指标(越高越好)利用均匀试验[14]优化马弗炉的灰化条件. 均匀试验设计因素水平见表 4,其中样品质量取 3 个水平,灰化温度和时间各取 6 个水平,试验方案由 DPS 自动生成. 试验方法为:称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)的卷烟烟灰,置于瓷坩埚中,放入马弗炉,在 600 ℃ 条件下灰化 60 min.

表 3　火焰原子吸收光谱仪最佳工作条件

Table 3　The best working conditions of flame atomic absorption spectrometer

被测元素	测定方式	波长/nm	光谱通带/nm	灯电流/mA	时间积分/s	空气流量/(L·min^{-1})	乙炔流量/(L·min^{-1})
K	原子吸收	766.5	0.2	2	2	13.5	2
Ca	原子吸收	422.7	0.5	3	2	13.5	2
Mg	背景校正原子吸收	285.2	0.2	2	2	13.5	2
Fe	背景校正原子吸收	248.3	0.2	10	2	13.5	2
Mn	背景校正原子吸收	279.5	0.2	10	2	13.5	2
Zn	背景校正原子吸收	213.9	1.0	10	2	13.5	2
Cu	背景校正原子吸收	324.8	0.5	10	2	13.5	2

表4 马弗炉灰化条件均匀试验因素水平

Table 4 Horizontal table for design factor of uniform test of muffle furnace ashing

水平	因素		
	X_1/g	X_2/℃	X_3/min
初值	0.1	400	10
终值	0.2	650	60
分段值	0.05	50	10

1.2.3 数据处理方法 利用 Excel,SPSS 17.0 数据处理软件[12],DPS 数据处理软件[18]进行方差分析,回归分析,配对 T 检验等数据统计方法对试验结果进行分析.

2 结果与分析

2.1 微波消解酸体系优化结果

2.1.1 正交试验结果的直观分析 正交试验结果见表 5. 由表 5 可知,2#试验的平均综合值最高,即测得的 7 种元素的总含量最高,且 2#试验对应的消解液澄清且无明显杂质. 可见,2#试验是直观分析得出的最优酸体系组合,可以将其作为验证实验时的比较对象.

分别对正交试验结果进行极差分析和方差分析,结果见表 6. 由表 6 可知,各因素影响消解效果的主次顺序为 HF > H_2O_2 > HCl > HNO_3,其中 HCl,HF 和 H_2O_2 达到了显著或极显著水平,*P* 值分别为 0.022,0.000,0.001;最佳酸体系组合为 HNO_3 7.0 mL,HCl 0 mL,HF 0.5 mL,H_2O_2 1.5 mL.

2.1.2 验证试验结果与分析 对 2.1.1 中得到的最佳酸体系组合进行了 5 次验证试验,结果见表 7. 将 7 种元素的测量结果与 2#试验结果进行配对 T 检验,成对差分均值为 -104.184,标准差 322.466,均值的标准误差 121.881,*T* 值为 -0.855,自由度为 6,*P* = 0.440,结果为不显著,故可将该优化结果作为最终的酸体系. 利用优化后的酸体系进行微波消解后,虽然能够提高烟灰样品中金属元素的分离效果和测量结果的准确度,但仍然存在部分元素中的 *RSD* 偏高的问题,这可能是因为初选的灰化条件对烟灰样品而言不是最优、样品灰化效果不佳所致. 因此,有必要对烟灰灰化条件进行优化.

2.2 马弗炉灰化条件优化结果

马弗炉灰化条件均匀试验方案及结果见表 8,其中试验结果为 6 次平行试验的平均值. 根

表5 $L^9(3^4)$正交试验设计方案与结果分析

Table 5 $L^9(3^4)$ orthogonal test design and result analysis

试验号	因素				标准化综合值							微波消解效果
	A	*B*	*C*	*D*	1*	2*	3*	4*	5*	6*	和值	
1#	1	2	1	3	-3.45	-19.84	-1.68	0.26	-1.92	-3.50	-30.13	有明显的白色粉末,溶液呈乳白色
2#	1	1	3	2	3.27	4.20	5.51	4.09	4.71	5.52	27.29	澄清溶液,无明显杂质
3#	2	3	1	2	-1.45	-3.09	1.27	-0.68	0.29	0.61	-3.05	有明显的白色粉末,溶液呈乳白色
4#	2	1	2	3	-6.58	-2.56	-4.35	-0.63	-1.11	-7.27	-22.49	溶液呈乳白色的浑浊状
5#	2	2	3	1	0.03	4.76	3.42	2.43	1.98	2.29	14.91	溶液透明澄清
6#	3	1	1	1	-0.34	-4.71	-6.12	-0.09	0.77	-0.91	-11.41	溶液呈乳白色的浑浊状
7#	3	3	3	3	1.22	1.07	0.09	1.99	2.70	2.94	10.01	溶液透明澄清
8#	1	3	2	1	5.47	4.39	1.47	4.41	2.98	3.42	22.13	溶液透明澄清,但有少量白色粉末杂质
9#	3	2	2	2	-0.69	-1.49	-2.10	2.51	-3.62	-1.87	-7.26	有明显的白色粉末,溶液呈乳白色
K_1	19.29	-6.61	-44.59	25.63								
K_2	-10.64	-22.48	-7.62	16.98								
K_3	-8.65	29.09	52.21	-42.62								
R	29.93	51.57	96.80	68.25								

注:1*—6*代表 6 次重复试验中 7 种元素测量结果经标准化后的综合值

表 6　正交试验方差分析

Table 6　Orthogonal test difference analysis table

变异来源	平方和	自由度	均方	*F* 值	*P* 值
HNO_3	31.132	2	15.566	1.680	0.198
HCl	77.503	2	38.752	4.183	0.022
HF	265.132	2	132.566	14.309	0.000
H_2O_2	153.428	2	76.714	8.281	0.001
误差	416.892	45	9.264		

据试验结果进行回归分析，*F* 及 T 检验结果表明，回归方程总体达到显著水平（$P = 0.025$），X_1，X_2，X_1X_2 和 X_1X_3 也达到了极显著或显著水平，*P* 值分别为 0.003，0.002，0.003，0.028，即 3 个因素对烟灰样品灰化效果的影响均具有统计学意义，且样品质量与灰化温度和灰化时间之间存在交互作用. 回归方程的决定系数和调整决定系数分别为 0.999 9 和0.999 3，Durbin-Watson 统计量 $d = 1.560\ 2$，说明残差无自相关，拟合效果良好. 通过 DPS 对回归方程进行优化求解得出，当样品质量为 0.10 g，灰化温度和时间分别为 600 ℃和 60 min 时，灰化前后样品质量变化率取得最大值，约为6.859 2%.

按照得到的最佳灰化条件进行 12 次平行验证试验，结果表明，灰化前后样品的平均质量降低率为（6.631 1 ± 0.184 1）%，*RSD* 为 4.37%，与预测值基本吻合且可重复性较好，表明按此条件对烟灰进行灰化时效果较好.

2.3　可重复性测试结果

分别采用直接微波消解法和干湿结合法对样品进行前处理，然后测定烟灰中的金属元素，每种方法重复 5 次，结果见表 9，两种方法独立样本 T 检验结果见表 10. 由测定结果的平均值可知，采用干湿结合法对样品进行前处理后，K，Ca，Mg，Fe 4 种金属元素的测量值较直接微波消解法均降低，Mn，Zn，Cu 3 种金属元素的测量值则升高，独立样本 T 检验结果表明，Fe 含量差异显著、Cu 和 Zn 含量差异极显著. 据文献[19]报道，灰化温度过高会导致测量结果降低，而本试验的灰化温度低于所有金属元素的沸点，且测量结果有升有降，因此可以认为测量结果的差异与灰化导致的目标物损失无关，但具体原因还需进一步探讨. 对比重复测量结果的 *RSD* 可知，采用干湿结合法对样品进行前处理后，K，Ca，Mg，Fe，Mn，Zn，Cu 元素测量结果的 *RSD* 均大幅度降低，降幅分别为 88.98%，98.23%，88.31%，50.00%，65.15%，91.89%，67.70%，可见，采用干湿结合法处理烟灰样品可以显著提高测量结果的可重复性.

2.4　准确度和精密度计算结果

随机选择样品做加标回收率实验，按照前述样品处理方法进行处理. 根据样品中各元素的含量分别向样品中加入一定量加标物质，测定含量，计算回收率. 对样品溶液连续测定 6 次，计算各元素的 *RSD*，结果见表 9. 由表 9 可知，各元素的平均回收率为 97.77% ~ 102.05%，*RSD* 为 1.33% ~2.41%，表明干湿结

表 7　验证试验结果

Table 7　Verifying experimental results

被测元素	试验 1	试验 2	试验 3	试验 4	试验 5	平均值	*RSD*/%
K	151.60	155.39	152.97	148.84	158.05	153.37	2.30
Ca	213.49	195.16	202.58	199.46	202.73	202.68	3.85
Mg	33.04	33.22	32.26	31.09	35.91	33.1	5.38
Fe	1 576.09	1 671.01	1 746.59	1 572.58	1 750.69	1 663.39	5.25
Mn	1 269.86	1 292.70	1 306.94	1 293.25	1 277.92	1 288.13	1.12
Zn	867.66	834.42	1 238.05	1 194.57	1 310.37	810.45	20.34
Cu	98.06	84.16	98.83	89.17	85.33	91.11	7.63
Mn	151.60	155.39	152.97	148.84	158.05	1 288.13	1.12

注：K，Ca，Mg 元素含量单位为 mg/g；Fe，Mn，Zn，Cu 元素含量单位为 μg/g，下同

表 8 马弗炉灰化条件均匀试验设计方案及结果

Table 8 Design scheme and results of the uniform test of the ash condition of the muffle furnace

试验号	X_1/g	X_2/℃	X_3/ min	Y/%
1#	3(0.15)	5(600)	6(60)	6.136 4
2#	2(0.10)	4(550)	1(10)	5.842 2
3#	5(0.20)	6(650)	3(30)	6.074 5
4#	1(0.10)	2(450)	4(40)	4.750 0
5#	4(0.15)	1(400)	2(20)	3.254 2
6#	6(0.20)	3(500)	5(50)	4.875 1

表 9 两种前处理方法元素测定结果(n=5)

Table 9 The results of two pretreatment methods(n=5)

被测元素	方法	均值	*RSD*/%
K	微波消解法	157.38	12.52
	干湿结合法	144.46	1.38
Ca	微波消解法	249.49	40.67
	干湿结合法	241.32	0.72
Mg	微波消解法	36.64	27.45
	干湿结合法	32.16	3.21
Fe	微波消解法	1 546.82	4.00
	干湿结合法	1 467.60	2.00
Mn	微波消解法	1 212.89	2.64
	干湿结合法	1 224.28	0.92
Zn	微波消解法	426.56	28.84
	干湿结合法	762.47	2.34
Cu	微波消解法	66.74	11.33
	干湿结合法	95.15	3.66

合前处理方法的测定结果具有比较高的准确度和精密度.

2.5 实际样品测定结果

用所建立的卷烟烟灰金属元素测定方法对6种不同价位、不同牌号卷烟烟灰进行金属元素含量测定,测定结果见表12. 在6种卷烟烟灰中,7种金属元素含量的 *RSD* 均小于7.89%,说明该方法的可重复性好,精密度较高,能够较准确地测定不同牌号卷烟的金属元素含量.

3 结论

本文提出了先进行灰化再微波消解的干湿结合前处理方法,并对微波消解烟灰样品的酸体系和灰化条件进行了优化. 结果表明,当采用 $V(HNO_3):V(HF):V(H_2O_2)=7:0.5:1.5$ 的酸体系和样品质量0.10 g,灰化温度600 ℃和灰化时间60 min的灰化条件时,微波消解效果最好. 对直接微波消解和干湿结合两种前处理方法的对比结果表明,采用干湿结合法测量处理后烟灰样品中7种金属元素的含量,其 *RSD* 均大幅降低,加标回收实验结果显示,平均

表 10 两种前处理方法独立样本 T 检验结果

Table 10 The independent sample T test results of two pretreatment methods

被测元素	检验方式	Levene 方差齐性检验		平均值等同性 T 检验						
		F 值	显著性	*T* 值	自由度	显著性(双尾)	平均值差值	差值标准误差	差值的95%下限	置信区间上限
K	假设方差相等	5.143	0.053	1.459	8.000	0.183	12.920	8.857	-7.504	33.344
	假设方差不等			1.459	4.082	0.217	12.920	8.857	-11.477	37.317
Ca	假设方差相等	3.730	0.102	0.135	6.000	0.897	8.166	60.513	-139.904	156.236
	假设方差不等			0.180	4.004	0.866	8.166	45.392	-117.815	134.147
Mg	假设方差相等	5.510	0.047	0.992	8.000	0.350	4.486	4.523	-5.944	14.916
	假设方差不等			0.992	4.085	0.376	4.486	4.523	-7.970	16.942
Fe	假设方差相等	1.543	0.249	2.586	8.000	0.032	79.226	30.632	8.588	149.864
	假设方差不等			2.586	5.709	0.043	79.226	30.632	3.335	155.117
Mn	假设方差相等	3.940	0.082	-0.750	8.000	0.475	-11.396	15.191	-46.427	23.635
	假设方差不等			-0.750	4.984	0.487	-11.396	15.191	-50.485	27.693
Zn	假设方差相等	34.750	0.000	-6.042	8.000	0.000	-335.912	55.592	-464.106	-207.718
	假设方差不等			-6.042	4.168	0.003	-335.912	55.592	-487.841	-183.983
Cu	假设方差相等	4.356	0.070	-7.635	8.000	0.000	-28.408	3.721	-36.988	-19.828
	假设方差不等			-7.635	5.624	0.000	-28.408	3.721	-37.663	-19.153

回收率为 97.77% ~ 102.05%，*RSD* 为 1.33% ~ 2.41%，大幅度提升了测量结果的准确度和可重复性.

表 11　各元素加标回收率及相对标准偏差(n = 6)

Table 11　Recovery and relative standard deviation of each element (n = 6)

被测元素	样品含量	平均加标量	平均测得量	平均回收率/%	*RSD*/%
K	144.46	150.75	291.98	97.77	1.53
Ca	241.32	198.29	436.16	98.57	1.52
Mg	32.16	30.00	62.36	100.62	1.35
Fe	1 467.60	1 500.00	2 948.70	98.71	1.51
Mn	1 224.28	1 000.00	2 226.27	100.16	1.33
Zn	762.47	800.00	1 570.78	101.09	1.46
Cu	95.15	100.00	197.10	102.05	2.41

利用原子吸收法测定烟灰样品中的金属元素时，采用该前处理方法有利于提高测定结果的准确性和可重复性. 尤其对于非均匀态的样品，先通过马弗炉灰化可以大幅提高样品的均匀性，有助于提升后续检测的准确度和重复性. 目前，直接微波消解法和干湿结合法两种前处理方法测定结果存在差异的具体原因还需进一步探讨，而且文中涉及的金属元素仅为 7 种，实际的卷烟烟灰中存在大量金属元素，后续工作中将继续探讨其他金属元素的准确测量方法.

表 12　实际样品烟灰中 7 种金属元素测定结果

Table 12　Determination of 7 metal elements in cigarette ash of different brands

样品编号	指标	K	Ca	Mg	Fe	Mn	Zn	Cu
1#	平均值	160.97	225.71	37.30	1 888.42	1 717.07	432.13	73.11
	RSD/%	0.78	4.74	3.43	2.18	1.06	0.64	3.52
2#	平均值	140.09	226.09	32.68	1 823.92	1 691.74	373.19	93.99
	RSD/%	1.12	1.15	4.88	7.89	0.72	3.37	1.48
3#	平均值	142.28	230.87	38.67	2 031.71	1 321.45	372.04	89.18
	RSD/%	3.19	3.95	2.21	2.86	0.84	0.89	3.13
4#	平均值	135.89	229.11	39.57	1 505.17	1 505.84	304.57	75.99
	RSD/%	2.23	3.68	2.08	2.67	1.47	2.96	1.68
5#	平均值	131.79	232.81	37.68	1 595.96	1 390.55	776.10	93.65
	RSD/%	1.40	2.61	2.70	6.84	1.08	4.93	1.63
6#	平均值	140.30	222.61	39.99	2 521.94	1 380.52	420.05	91.20
	RSD/%	1.51	5.54	1.04	1.67	1.23	2.29	2.23

参考文献：

[1] 胡清源，李力，石杰，等. 微波消解 - 电感耦合等离子体质谱法同时测定烟草中 27 种元素[J]. 光谱学与光谱分析，2007(6)：1210.

[2] 李力，戴亚，胡清源，等. 卷烟中的锂、铬、镍、铜、砷、硒、钼、镉、铊和铅含量分析[J]. 烟草科技，2010(4)：35.

[3] 何杰，旦有明，易建华，等. 微波消解 - 电感耦合等离子体直角加速飞行时间质谱法测定 17 种进出口卷烟中的 10 种金属元素[J]. 安徽农业科学，2013，41(13)：5954.

[4] 胡秋芬，张艳宏，王森，等. 微波消化 - 原子吸收法测定卷烟中的钾、钠、钙、镁、铜、铁、锌、铅的研究[J]. 玉溪师范学院学报，2007(3)：48.

[5] 谢玉龙，朱先约，何东香，等. 微波消解 - ICP - MS法测定卷烟纸中主要元素和重金属元素[J]. 分析仪器，2018(1)：36.

[6] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总

局.烟草及烟草制品调节和测试的大气环境:GB/T 16447—2004[S].北京:中国标准出版社,2004.

[7] 陈曦.高分辨连续光源原子吸收光谱法测定香烟及烟气中的重金属元素[D].北京:北京工业大学,2016.

[8] 钟宇,姜红,杨敏男,等.电感耦合等离子体质谱法分析烟灰中的微量元素[J].微量元素与健康研究,2017,34(6):58.

[9] 李力,黄馨,胡清源,等.电感耦合等离子体质谱法测定卷烟用纸中的铜、砷、钼、镉、铊和铅[J].理化检验(化学分册),2011,47(2):163.

[10] 国家烟草专卖局.烟草及烟草制品 钙的测定 原子吸收法:YC/T 174—2003[S].北京:中国标准出版社,2003.

[11] 国家烟草专卖局.烟草及烟草制品 镁的测定 原子吸收法:YC/T 175—2003[S].北京:中国标准出版社,2003.

[12] 余建英,何旭宏.数据统计分析与 SPSS 应用[M].北京:人民邮电出版社,2007.

[13] 孙红卫,吕春燕,祁爱琴,等.综合评价中数据标准化的原理研究[J].中国卫生统计,2015,32(2):342.

[14] 张林,张晶璇,范琼尹,等.均匀设计结合多元回归分析用于淫羊藿对大鼠肝毒性的影响[J].中国实验方剂学杂志,2018,24(6):189.

[15] 张朝晖,STAN O.利用国产 TM-陶瓷纤维马弗炉进行样品预处理附生苔藓对大气中重金属元素的生物富集中子活化方法研究[J].现代科学仪器,2000(2):58.

[16] 王峰,乙小娟,张慧.微波灰化法测定进出口饲料中的灰分[J].分析测试技术与仪器,2006(2):125.

[17] 蒋次清,王岚,廖臻,等.微波马弗炉测定烟草中灰分的研究[J].安徽农业科学,2012,40(7):3980.

[18] 唐启义,唐睿.DPS 数据数理系统(第 2 卷).现代统计及数据挖掘[M].北京:科学出版社,2017.

[19] 谷力.测定天然和栽培缬草根金属元素的微波和干灰化消解-FAAS 法[J].分析测试学报,2002(6):56.