

ICS 65.160
X 85
备案号:25977—2009

YC

中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 294—2009

烟用香精和料液中砷、铅、镉、铬、镍的测定 石墨炉原子吸收光谱法

Determination of arsenic, lead, cadmium, chromium and nickel in tobacco
flavourings and casings—Graphite furnace atomic absorption spectrometry

2009-03-30 发布

2009-05-01 实施



国家烟草专卖局 发布

中华人民共和国烟草
行业标准
烟用香精和料液中砷、铅、镉、铬、镍的测定
石墨炉原子吸收光谱法

YC/T 294—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

*

书号:155066·2-19685 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准由国家烟草专卖局提出。

本标准由全国烟草标准化技术委员会烟用材料分技术委员会(SAC/TC 144/SC 8)归口。

本标准起草单位：国家烟草质量监督检验中心、红塔烟草(集团)有限责任公司、江苏中烟工业有限责任公司。

本标准主要起草人：唐纲岭、侯宏卫、高韬、舒云波、廖惠云、秦云华、朱风鹏、李雪、熊文、石怀彬、胡清源。

烟用香精和料液中砷、铅、镉、铬、镍的测定

石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了烟用香精和料液中砷、铅、镉、铬、镍的测定方法——石墨炉原子吸收光谱法。
本标准适用于烟用香精和料液中砷、铅、镉、铬、镍的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

YC/T 145.10 烟用香精 抽样

3 原理

将处理后的试样注入石墨炉原子化器中,经干燥、灰化、原子化后,待测元素砷、铅、镉、铬和镍分别吸收 193.7 nm、283.3 nm、228.8 nm、357.9 nm 和 232.0 nm 共振线。在一定浓度范围,其吸收值与待测元素砷、铅、镉、铬和镍的含量成正比,与标准系列比较定量。

4 试剂与材料

除特殊要求外,应使用优级纯试剂。所用试剂浓度以质量分数(%)表示。

4.1 水,超纯水或同等纯度的二次蒸馏水。

4.2 无水乙醇。

4.3 硝酸

4.3.1 硝酸:65%。

4.3.2 硝酸:1%。

4.3.3 硝酸 65%+水(1+1)。

4.4 基体改进剂

4.4.1 硝酸钡溶液,1 g/L。称取 1.0 g 硝酸钡,加入 20 mL 硝酸(1+1)(4.3.3),加热溶解后定量移入 1 000 mL 容量瓶中,用 1%硝酸(4.3.2)定容。

4.4.2 硝酸镁溶液,1 g/L。称取 1.0 g 硝酸镁,加入 100 mL 1%硝酸(4.3.2),溶解后定量移入 1 000 mL容量瓶中,用 1%硝酸(4.3.2)定容。

4.4.3 磷酸二氢铵溶液,10 g/L。称取 10.0 g 磷酸二氢铵,加入 100 mL 1%硝酸(4.3.2)溶解后定量移入 1 000 mL 容量瓶中,用 1%硝酸(4.3.2)定容。

4.5 标准溶液

4.5.1 砷、铅、镉、铬、镍标准储备液,浓度 10 mg/L。不用时置于 4℃的冰箱中保存,有效期 6 个月。

4.5.2 砷、铅、镉、铬、镍标准使用液,浓度 100 μg/L。准确移取 0.5 mL 标准储备液(4.5.1)于 50 mL 容量瓶中,用 1%硝酸(4.3.2)定容。不用时置于 4℃的冰箱中保存,有效期 7 d。

4.5.3 砷、铅、镉、铬、镍标准工作溶液:分别准确移取不同体积砷、铅、镉、铬、镍标准使用液(4.5.2)于不同的 50 mL 容量瓶中,用 1%硝酸(4.3.2)定容,得到不同浓度的标准工作溶液,即配即用。其浓度

范围应覆盖预计在试样中检测到的各元素含量。

5 仪器及条件

常用实验仪器及下述各项：

- 5.1 塑料容量瓶：50 mL, 1 000 mL。
- 5.2 分析天平：感量 0.000 1 g。
- 5.3 移液管：1 mL, 5 mL。
- 5.4 聚四氟乙烯烧杯：250 mL。
- 5.5 控温电加热器。
- 5.6 石墨炉原子吸收光谱仪，配砷无极放电灯和铅、镉、铬、镍空心阴极灯，高纯氩气，空气。

6 分析步骤

6.1 取样

按 YC/T 145.10 中规定的方法抽取试样。

6.2 样品前处理

6.2.1 直接进样法(适用于能被 1% 硝酸或无水乙醇完全溶解的试样)

准确称取 5.0 g 试样，根据试样的溶解性，用 1% 硝酸或无水乙醇稀释溶解后定容于 50 mL 的塑料容量瓶(5.1)中，摇匀后待测。同时进行空白试验。

6.2.2 湿法消解法(适用于不能被 1% 硝酸或无水乙醇完全溶解的试样)

准确称取 5.0 g 试样于 250 mL 的聚四氟乙烯烧杯(5.4)中，加入 5 mL 纯水(4.1)后置于 100 °C 控温电加热器(5.5)上加热至试样近干；再缓慢加入 5 mL 65% 硝酸(4.3.1)，待反应缓和后置于 130 °C 控温电加热器(5.5)上消解，并不断滴加 65% 硝酸(4.3.1)直至有机质消解完全。消解完全后的试样溶液应为无色或微带黄色。

量取 10 mL 纯水(4.1)加入消解完全的试样中，置于 130 °C 控温电加热器(5.5)上加热至约 0.5 mL，以赶尽剩余的酸。然后将试样转移至 50 mL 塑料容量瓶中(5.1)中，用 1% 硝酸(4.3.2)定容，摇匀后待测。同时进行空白试验。

注：对于待测元素含量高的样品，应减少样品称样量以满足标准曲线范围要求。

6.3 测定

6.3.1 仪器条件

运行石墨炉原子吸收光谱仪(5.6)，表 1 所示仪器操作条件可供参考，采用其他条件应验证其适用性。

6.3.2 标准曲线的建立

6.3.2.1 砷标准曲线的建立

吸取标准空白液和砷标准工作溶液(4.5.3)各 20 μL，硝酸钡溶液(4.4.1)5 μL 和硝酸镁溶液(4.4.2)3 μL 注入石墨炉，测得其吸光度值，并求得吸光度峰面积与砷浓度关系的回归方程，相关系数不应小于 0.995。

6.3.2.2 铅标准曲线的建立

吸取标准空白液和铅标准工作溶液(4.5.3)各 20 μL，硝酸钡溶液(4.4.1)15 μL 注入石墨炉，测得其吸光度值，并求得吸光度峰面积与铅浓度关系的回归方程，相关系数不应小于 0.995。

6.3.2.3 镉标准曲线的建立

吸取标准空白液和镉标准工作溶液(4.5.3)各 20 μL，磷酸二氢铵溶液(4.4.3)5 μL 和硝酸镁溶液(4.4.2)3 μL 注入石墨炉，测得其吸光度值，并求得吸光度峰面积与镉浓度关系的回归方程，相关系数不应小于 0.995。

表 1 石墨炉原子吸收光谱仪砷、铅、镉、铬、镍测定操作条件

元素名称	砷			铅			镉			铬			镍		
波长/nm	193.7			283.3			228.8			357.9			232.0		
光谱通带/nm	0.7			0.7			0.7			0.7			0.2		
阶段	阶段温 度/°C	升温时 间/s	保持时 间/s	阶段温 度/°C	升温时 间/s	保持时 间/s	阶段温 度/°C	升温时 间/s	保持时 间/s	阶段温 度/°C	升温时 间/s	保持时 间/s	阶段温 度/°C	升温时 间/s	保持时 间/s
干燥	110	5	30	110	5	30	110	5	30	110	5	30	110	5	30
干燥	130	15	15	130	15	15	130	15	15	130	15	15	130	15	15
空气氧化 (直接进 样采用)	450	15	15	450	15	15	450	15	15	450	15	15	450	15	15
灰化	1 100	10	20	1 000	10	20	500	10	20	1 350	10	20	1 100	10	20
原子化	2 100	0	5	2 000	0	5	1 500	0	5	2 400	0	5	2 300	0	5
净化	2 450	1	3	2 450	1	3	2 450	1	3	2 450	1	3	2 500	1	3
基体改进剂	硝酸钡溶液 5 μ L 和 硝酸镁溶液 3 μ L			硝酸钡溶液 15 μ L			磷酸二氢铵溶液 5 μ L 和硝酸镁溶液 3 μ L			硝酸镁溶液 15 μ L			—		
测定方式	吸收峰面积——背景吸收														
线性方程	线性有截距														
进样量	20 μ L														
气流模式	干燥、灰化、净化阶段:氦气,250 mL/min;空气氧化阶段:空气,250 mL/min														
原子化方式	停气														

6.3.2.4 铬标准曲线的建立

吸取标准空白液和铬标准工作溶液(4.5.3)各 20 μ L,硝酸镁溶液(4.4.2)15 μ L 注入石墨炉,测得其吸光度值,并求得吸光度峰面积与铬浓度关系的回归方程,相关系数不应小于 0.995。

6.3.2.5 镍标准曲线的建立

吸取标准空白液和镍标准工作溶液(4.5.3)各 20 μ L,注入石墨炉,测得其吸光度值,并求得吸光度峰面积与镍浓度关系的回归方程,相关系数不应小于 0.995。

6.3.3 试样的测定

6.3.3.1 试样中砷含量的测定

吸取按 6.2 制备的试样液和试剂空白液各 20 μ L,硝酸钡溶液(4.4.1)5 μ L 和硝酸镁溶液(4.4.2)3 μ L 注入石墨炉,测得砷的吸光度值,代入 6.3.2.1 建立的回归方程,求得试剂空白液和试样液中的砷含量。

6.3.3.2 试样中铅含量的测定

吸取按 6.2 制备的试样液和试剂空白液各 20 μ L,硝酸钡溶液(4.4.1)15 μ L 注入石墨炉,测得铅的吸光度值,代入 6.3.2.2 建立的回归方程,求得试剂空白液和试样液中的铅含量。

6.3.3.3 试样中镉含量的测定

吸取按 6.2 制备的试样液和试剂空白液各 20 μ L,磷酸二氢铵溶液(4.4.3)5 μ L 和硝酸镁溶液(4.4.2)3 μ L 注入石墨炉,测得镉的吸光度值,代入 6.3.2.3 建立的回归方程,求得试剂空白液和试样液中的镉含量。

6.3.3.4 试样中铬含量的测定

吸取按 6.2 制备的试样液和试剂空白液各 20 μ L,硝酸镁溶液(4.4.2)15 μ L 注入石墨炉,测得铬的

YC/T 294—2009

吸光度值,代入 6.3.2.4 建立的回归方程,求得试剂空白液和试样液中的铬含量。

6.3.3.5 试样中镍含量的测定

吸取按 6.2 制备的试样液和试剂空白液各 20 μL ,注入石墨炉,测得镍的吸光度值,代入 6.3.2.5 建立的回归方程,求得试剂空白液和试样液中的镍含量。

7 结果的计算与表述

试样中的砷、铅、镉、铬、镍的含量,按式(1)进行计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{1\,000 \times m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中砷、铅、镉、铬、镍的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——试样中砷、铅、镉、铬、镍的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g}/\text{L}$);

c_0 ——试剂空白中砷、铅、镉、铬、镍的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g}/\text{L}$);

V ——试样消化液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

结果以两次平行测定的平均值表示,精确至 0.01 mg/kg 。

平行测量结果的相对标准偏差应小于 5%。

8 检出限、定量限和回收率

本标准中砷、铅、镉、铬、镍的检出限和定量限以及回收率结果如表 2 所示。

表 2 砷、铅、镉、铬、镍的检出限和定量限以及回收率结果

项 目	砷	铅	镉	铬	镍
检出限/ (mg/kg)	0.012	0.006	0.010	0.009	0.007
定量限/ (mg/kg)	0.04	0.02	0.03	0.03	0.02
回收率/%	95.5~98.7	95.0~98.1	94.5~98.2	91.8~101.4	97.5~100.0

9 测试报告

试验报告应说明:

- 识别被测试样需要的所有信息;
- 参照本标准所使用的试验方法;
- 测定结果,包括各单次测定结果及其平均值;
- 与本标准规定的分析步骤的差异;
- 在试验中观察到的异常现象;
- 试验日期;
- 测定人员。



YC/T 294-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-19685

定价: 14.00 元