

ICS 65.160
X 85
备案号: 24036—2008

YC

中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 268—2008

烟用接装纸和接装原纸中砷、铅的测定 石墨炉原子吸收光谱法

Determination of arsenic and lead in tipping paper and tipping base paper for
cigarette—Graphite furnace atomic absorption spectrometry

2008-05-27 发布

2008-07-01 实施

国家烟草专卖局 发布

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(TC 144)归口。

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

本标准主要起草人:胡清源、朱凤鹏、侯宏卫、唐纲岭、姚伟、陆怡峰、史佳沁、陆明华、朱书秀。

烟用接装纸和接装原纸中砷、铅的测定

石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了烟用接装纸和接装原纸中砷、铅的测定方法(石墨炉原子吸收光谱法)。
本标准适用于烟用接装纸和接装原纸中砷、铅的测定。

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 170 烟用接装纸原纸

YC 171 烟用接装纸

3 原理

试样经微波消解后,注入石墨炉原子化器中,经干燥、灰化、原子化后,待测元素砷和铅分别吸收 193.7 nm 和 283.3 nm 共振线。在一定浓度范围,其吸收值与待测元素砷和铅的含量成正比,与标准系列比较定量。

4 试剂与材料

除非另有说明,均应使用优级纯级试剂。

4.1 水,超纯水或同等纯度的二次蒸馏水。

4.2 硝酸

4.2.1 硝酸:65%。

4.2.2 硝酸:1%。

4.3 过氧化氢:30%。

4.4 盐酸:37%。

4.5 氢氟酸:40%。

4.6 基体改进剂

4.6.1 硝酸钡溶液,1 g/L。称取 1.0 g 硝酸钡,加入约 100 mL 1%硝酸(4.2.2),溶解后定量移入 1 000 mL 容量瓶(5.1)中,用 1%硝酸(4.2.2)定容。

4.6.2 磷酸二氢铵溶液,10 g/L。称取 10.0 g 磷酸二氢铵,加入约 100 mL 1%硝酸(4.2.2),溶解后定量移入 1 000 mL 容量瓶(5.1)中,用 1%硝酸(4.2.2)定容。

4.6.3 硝酸镁溶液,1 g/L。称取 1.0 g 硝酸镁,加入约 100 mL 1%硝酸(4.2.2),溶解后定量移入 1 000 mL 容量瓶(5.1)中,用 1%硝酸(4.2.2)定容。

4.7 标准溶液

4.7.1 砷标准储备液,浓度 4.0 mg/L。

4.7.2 铅标准储备液,浓度 5.0 mg/L。

4.7.3 砷标准工作溶液:准确移取不同体积的砷标准储备液(4.7.1)至不同的 50 mL 容量瓶(5.1)中,

用 1%硝酸(4.2.2)稀释定容,得到不同浓度的砷标准工作溶液,其浓度范围应覆盖预计在试样中检测到的砷含量。

4.7.4 铅标准工作溶液:准确移取不同体积的铅标准储备液(4.7.2)至不同的 50 mL 容量瓶(5.1)中,用 1%硝酸(4.2.2)稀释定容,得到不同浓度的铅标准工作溶液,其浓度范围应覆盖预计在试样中检测到的铅含量。

5 仪器

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 密闭微波消解仪(配微波消解罐)。
- 5.4 控温电加热器。
- 5.5 石墨炉原子吸收光谱仪,配砷无极放电灯和铅空心阴极灯。

6 分析步骤

6.1 取样

烟用接装纸原纸试样按 YC 170 规定的方法取样。

烟用接装纸试样按 YC 171 规定的方法取样。

6.2 消解

6.2.1 在 0.2 g~1.0 g 范围内,称取试样,精确至 0.000 1 g,置于微波消解罐中。

6.2.2 向微波消解罐中依次加入 5 mL 硝酸(4.2.1),1 mL 过氧化氢(4.3),1 mL 盐酸(4.4)和 1 mL 氢氟酸(4.5),密封后装入微波消解仪(5.3),按下面微波消解程序进行消解。

室温 $\xrightarrow{5\text{ min}}$ 100℃(5 min) $\xrightarrow{5\text{ min}}$ 130℃(5 min) $\xrightarrow{5\text{ min}}$ 160℃(5 min) $\xrightarrow{5\text{ min}}$ 190℃(25 min)

6.2.3 消解完毕,待微波消解仪炉温降至 40℃ 以下后取出消解罐,置于控温电加热器(5.4)中,在 130℃ 条件下,加热赶酸至约 0.5 mL。

6.2.4 赶酸完毕,冷却至室温后,将试样溶液转移至 50 mL 容量瓶(5.1)中,用 1%硝酸(4.2.2)冲洗消解罐 3 次~4 次,清洗液同样转移至 50 mL 容量瓶(5.1)中,然后用 1%硝酸(4.2.2)定容,摇匀后待测。

6.2.5 每次检测,按 6.2.2,6.2.3 和 6.2.4 进行试剂空白实验。

6.3 测定

6.3.1 仪器条件

运行石墨炉原子吸收光谱仪(5.5),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 标准曲线的制作

6.3.2.1 砷标准曲线的制作

吸取标准空白液和配制好的不同浓度的砷标准工作溶液(4.7.3)各 20 μL ,硝酸钡溶液(4.6.1) 5 μL 和硝酸镁(4.6.3)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一元线性回归方程,相关系数不应小于 0.99。

6.3.2.2 铅标准曲线的制作

吸取标准空白液和配制好的不同浓度的铅标准工作溶液(4.7.4)各 20 μL ,磷酸二氢铵溶液(4.6.2)5 μL 和硝酸镁(4.6.3)3 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一元线性回归方程,相关系数不应小于 0.99。

表 1 石墨炉原子吸收光谱仪 砷、铅测定操作条件

元素名称	As			Pb		
波长/nm	193.7			283.3		
光谱通带/nm	0.7			0.7		
灯电流/mA	360			10		
测定方式	吸收峰面积—背景吸收					
阶段	温度/℃	斜坡/s	保持/s	温度/℃	斜坡/s	保持/s
干燥	110	5	30	110	5	30
干燥	130	15	30	130	15	30
灰化	1 320	10	20	850	10	20
原子化	2 250	0	5	1 600	0	5
净化	2 450	1	3	2 450	1	3
氩气流量/(mL/min)	250					
原子化方式	停气原子化					
注入体积/ μ L	20					
基体改进剂	硝酸钡溶液(4.6.1)5 μ L 和硝酸镁(4.6.3)3 μ L			磷酸二氢铵溶液(4.6.2)5 μ L 和硝酸镁(4.6.3)3 μ L		

6.3.3 试样的测定

6.3.3.1 试样中砷含量的测定

吸取试剂空白液和消解定容后的试样液各 20 μ L,硝酸钡溶液(4.6.1)5 μ L 和硝酸镁(4.6.3)3 μ L 注入石墨炉,测得砷的吸光度值,代入 6.3.2.1 制作的一元线性回归方程,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

吸取试剂空白液和消解定容后的试样液各 20 μ L,磷酸二氢铵溶液(4.6.2)5 μ L 和硝酸镁(4.6.3)3 μ L 注入石墨炉,测得铅的吸光度值,代入 6.3.2.2 制作的一元线性回归方程,求得试剂空白液和试样液中的铅含量。

7 结果的计算与表述

7.1 计算

试样中的砷、铅含量,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、铅的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c——测定样液中砷、铅的浓度,单位为微克每升(μ g/L);

c_0 ——试剂空白中砷、铅的浓度,单位为微克每升(μ g/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)。

7.2 结果的表述

以两次平行测定的平均值表示,精确至 0.1 mg/kg。

8 精密度

烟用接装纸、接装原纸中铅、砷含量大于等于 1.0 mg/kg 时,平行测量结果其相对标准偏差应小于 15%。

烟用接装纸、接装原纸中铅、砷含量小于 1.0 mg/kg 时,平行测量结果极差应小于 0.3 mg/kg。

9 回收率和检出限

本方法的回收率和检出限结果见表 2。

表 2 方法的回收率和检出限结果

元素	回收率/%	检出限/($\mu\text{g/L}$)
砷	101.5	0.37
铅	97.5	0.17

10 测试报告

测试报告应说明使用的方法和得到的结果,还应包括本标准未规定的或选择性的条件,以及可能影响结果的其他条件。测试报告应包括试样的唯一性资料。