

10 回收率和检出限

本标准中砷、铅、镉、铬、镍、汞的检出限、定量限和回收率结果如表 4 所示。

表 4 砷、铅、镉、铬、镍、汞的检出限、定量限和回收率结果

项 目	砷	铅	镉	铬	镍	汞
检出限/(mg/kg)	0.001	0.002	0.008	0.004	0.007	0.016
定量限/(mg/kg)	0.003	0.007	0.027	0.013	0.023	0.053
回收率/%	96.0~99.4	94.0~100.8	100.0~102.5	100.4~104.0	99.3~101.8	99.2~100.0

11 试验报告

试验报告应说明：

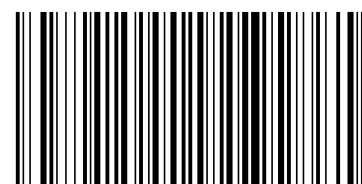
- 识别被测试样需要的所有信息；
- 参照本标准所使用的试验方法；
- 测定结果，包括各单次测定结果及其平均值；
- 与本标准规定的分析步骤的差异；
- 在试验中观察到的异常现象；
- 试验日期；
- 测定人员。

中华人民共和国烟草行业标准

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

Determination of arsenic, lead, cadmium, chromium, nickel, mercury in tipping
paper and tipping base paper for cigarette—
Inductively coupled plasma mass spectrometry



YC/T 316—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20305

定价: 14.00 元

2009-11-06 发布

2009-11-10 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 316—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 8 千字
2010年2月第一版 2010年2月第一次印刷
*
书号: 155066·2-20305 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

7 测定

7.1 电感耦合等离子体质谱仪参数

待测元素和内标元素的测定质量数如表2所示。

表2 待测元素和内标元素的质量数

元素	砷	铅	镉	铬	镍	汞	铟
质量数	75	208	111	53	60	202	115

采用调谐液(4.7),调谐电感耦合等离子体质谱仪至最佳工作环境,其元素测定条件如表3所示。采用其他条件应验证其适用性。

表3 电感耦合等离子体质谱仪测定条件

项 目	测 定 条 件
射频功率	1 300 W
载气流速	1.20 L/min
进样速率	0.1 mL/min
获取模式	全定量分析
重复次数	3

7.2 分别吸取适量标准空白溶液,不同浓度的砷、铅、镉、铬、镍混合标准工作溶液,不同浓度的汞标准工作溶液(4.9.5)和内标溶液(4.8.2)分别注入电感耦合等离子体质谱中,在选定的仪器参数下,以待测元素砷、铅、镉、铬、镍、汞含量与内标元素铟含量的比值为横坐标,待测元素砷、铅、镉、铬、镍、汞离子质量计数与内标元素铟质量计数的比值为纵坐标,建立砷、铅、镉、铬、镍、汞的校正曲线。对校正数据进行线性回归,求得砷、铅、镉、铬、镍、汞浓度关系的回归方程, R^2 不应小于0.999。

7.3 分别吸取试样空白溶液,试样液和内标溶液(4.8.2)注入电感耦合等离子体质谱中,在选定的仪器参数下,得到待测元素砷、铅、镉、铬、镍、汞离子质量计数与内标元素铟质量计数的比值代入7.2所制作的回归方程,求得试样空白溶液和试样液中砷、铅、镉、铬、镍、汞含量。

8 结果的计算与表述

8.1 计算

试样中的砷、铅、镉、铬、镍、汞含量,按式(1)进行计算:

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

式中:

- X——试样中砷、铅、镉、铬、镍、汞的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c——试样中砷、铅、镉、铬、镍、汞的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- c_0 ——试剂空白中砷、铅、镉、铬、镍、汞的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- 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)。

8.2 结果的表述

以两次平行测定的平均值表示,精确至0.01 mg/kg。

9 精密度

烟用接装纸和烟用接装纸原纸中砷、铅、镉、铬、镍、汞含量,平行测量结果其相对标准偏差 $\leq 5\%$ 。

- 4.9.1 标准空白溶液:1%硝酸(4.3.2)。
- 4.9.2 砷、铅、镉、铬、镍混合标准储备液,浓度 10 mg/L。不用时置于 4 °C ±1 °C 的冰箱中保存,有效期一年。
- 4.9.3 汞标准储备液,浓度 10 mg/L。不用时置于 4 °C ±1 °C 的冰箱中保存,有效期一年。
- 4.9.4 砷、铅、镉、铬、镍混合标准工作溶液:准确移取不同体积的砷、铅、镉、铬、镍混合标准储备液(4.9.2)至不同的塑料容量瓶(5.1)中,用 1%的硝酸(4.3.2)稀释定容,得到不同浓度的砷、铅、镉、铬、镍标准工作溶液,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。
- 4.9.5 汞标准工作溶液:准确移取不同体积的汞标准储备液(4.9.3)至不同的塑料容量瓶(5.1)中,用 1%的硝酸(4.3.2)稀释定容,得到不同浓度的汞标准工作溶液,即配即用,其浓度范围应覆盖预计在试样中检测到的汞含量。

5 仪器

- 5.1 塑料容量瓶,50 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,55 mL)。
- 5.4 控温电加热器。
- 5.5 电感耦合等离子体质谱仪。
- 5.6 实验所用器皿和微波消解罐在使用前须用 20%硝酸(4.3.4)浸泡至少 12 h,并在使用前用超纯水冲洗干净,避尘晾干备用。

6 分析步骤

6.1 取样

烟用接装纸原纸按 YC 170 中规定的方法进行,烟用接装纸按 YC 171 中规定的方法进行。

6.2 微波消解法

准确称取 0.2 g~0.5 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于微波消解罐中,向微波消解罐中依次加入 5.0 mL 65%硝酸(4.3.1),1.0 mL 30%过氧化氢(4.4),1.0 mL 37%盐酸(4.5)和 1.0 mL 40%氢氟酸(4.6),密封后装入微波消解仪,按表 1 所示的消解程序进行微波消解。采用其他条件应验证其适用性。

表 1 微波消解升温程序

起始温度/°C	升温时间/min	终点温度/°C	保持时间/min
室温	5	120	5
120	5	160	5
160	5	200	25

6.3 赶酸

消解完毕,待微波消解仪(5.3)温度降至 40 °C 以下后取出消解罐,放入控温电加热器(5.4),在 130 °C 条件下,赶酸 2 h~3 h,蒸发至约 0.5 mL。使用赶酸程序需要对每一个样品进行加标回收试验,以确定待测元素是否有挥发损失。如果使用耐氢氟酸的进样系统,赶酸步骤省略。

6.4 定容

直接将试样溶液转移至 50 mL 塑料容量瓶(5.1)中,用 1%硝酸(4.3.2)冲洗消解罐 3 次~4 次,清洗液同样转移至容量瓶(5.1)中,然后用 1%硝酸(4.3.2)定容,摇匀后得试样液。试样液应在 24 h 之内完成测试。

6.5 试样空白溶液

按照 6.1~6.4 所述方法,不加样品进行空白试验,得到试样空白溶液。

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、红云红河烟草(集团)有限责任公司。

本标准主要起草人:唐纲岭、侯宏卫、詹建波、朱风鹏、李雪、胡清源、熊文、孟昭宇、钱强、杨柳、汤建国、高韬、邓长其、陆舍铭、廖头根。