

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。

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

YC/T 268—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-18905

定价: 10.00 元

2008-05-27 发布

2008-07-01 实施

国家烟草专卖局 发布

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/μL | 20 | | | | | |
| 基体改进剂 | 硝酸钡溶液(4.6.1)5 μL 和硝酸镁(4.6.3)3 μL | | | 磷酸二氢铵溶液(4.6.2)5 μL 和硝酸镁(4.6.3)3 μL | | |

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 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 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:

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

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(μg/L);
- c₀——试剂空白中砷、铅的浓度,单位为微克每升(μg/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。

中华人民共和国烟草
行业 标准
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
YC/T 268—2008

*

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
2008 年 7 月第一版 2008 年 7 月第一次印刷

*

书号: 155066·2-18905 定价 10.00 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

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。

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、朱风鹏、侯宏卫、唐纲岭、姚伟、陆怡峰、史佳沁、陆明华、朱书秀。