

## 中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 278—2008

### 烟用接装纸中汞的测定 冷原子吸收光谱法

Determination of mercury in tipping paper for cigarette—  
Cold atomic absorption spectrometry

2008-12-23 发布

2009-01-01 实施

国家烟草专卖局 发布

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT

专业光度计系列生产厂家

HTTP://www.macyinstrument.com TEL:400-616-4686

中华人民共和国烟草  
行业 标准

烟用接装纸中汞的测定  
冷原子吸收光谱法

YC/T 278--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12月第一版 2008年12月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-19538 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

## 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、红塔烟草(集团)有限责任公司。

本标准主要起草人:侯宏卫、高韬、唐纲岭、秦云华、朱风鹏、李雪、熊文、胡清源。



# 烟用接装纸中汞的测定

## 冷原子吸收光谱法

### 1 范围

本标准规定了烟用接装纸中汞的测定方法——冷原子吸收光谱法。  
本标准适用于烟用接装纸中汞的测定。

### 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 171—2009 烟用接装纸

### 3 原理

试样经微波消解处理后,在强酸环境中以硼氢化钠为还原剂,把离子状态汞还原成元素汞。以氩气作为载体,在常温下将汞蒸气吹入冷原子吸收光谱仪进行测量。汞原子对波长 253.7 nm 的共振线具有强烈的吸收作用,在一定浓度范围,其吸收值与待测元素汞的含量成正比,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计。

4.1 水,超纯水或同等纯度的二次蒸馏水。

4.2 硝酸:65%。

4.3 过氧化氢:30%。

4.4 盐酸。

4.4.1 盐酸:3%。

4.4.2 盐酸:37%。

4.5 氢氟酸:40%。

4.6 高锰酸钾,5%。称取 2.5 g 高锰酸钾至 100 mL 烧杯(5.5)中,加入约 50 mL 纯水(4.1)溶解,煮沸 10 min,静置过夜,滤斗过滤后,贮于 50 mL 棕色试剂瓶(5.4)中。

4.7 0.2% 硼氢化钠和 0.05% 氢氧化钠混合溶液。准确移取 2.0 g 硼氢化钠和 0.5 g 氢氧化钠至 100 mL 烧杯(5.5)中,加入约 50 mL 纯水(4.1)溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶(5.1)中定容,即配即用。

4.8 汞标准溶液

4.8.1 汞标准储备液,10.0 mg/L。不用时置于 4℃ 的冰箱中保存,有效期 12 个月。

4.8.2 汞标准使用溶液,100.0 μg/L。准确移取 0.5 mL 汞标准储备液(4.8.1)加入 50 mL 容量瓶(5.1)中,再加入两滴 5% 高锰酸钾(1.6),用 3% 盐酸(4.1.1)定容至 50 mL。不用时置于 4℃ 的冰箱中保存,有效期 7 d。

4.8.3 汞标准工作溶液:准确移取汞标准使用溶液(4.8.2)50 μL、100 μL、250 μL、500 μL、750 μL、1 000 μL加入容量瓶,加入两滴5%高锰酸钾(4.6),加入3%盐酸(4.4.1)溶液定容至50 mL,即得到0.1 μg/L、0.2 μg/L、0.5 μg/L、1.0 μg/L、1.5 μg/L、2.0 μg/L汞标准工作溶液。其浓度范围应覆盖预计在试样中检测到的汞含量,即配即用。

## 5 仪器

- 5.1 塑料容量瓶:50 mL,1 000 mL。
- 5.2 移液管:1 mL。
- 5.3 移液枪:100 μL,1 000 μL。
- 5.4 棕色试剂瓶:50 mL。
- 5.5 烧杯:100 mL。
- 5.6 分析天平,感量0.000 1 g。
- 5.7 密闭微波消解仪(配微波消解罐)。
- 5.8 控温电加热器。
- 5.9 冷原子吸收光谱仪,配汞灯,高纯氩气。

## 6 分析步骤

### 6.1 取样

按照 YC 171—2009 第 6 章规定的方法取样。

### 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 mL 过氧化氢(4.3),1 mL 盐酸(4.4.2)和 1 mL 氢氟酸(4.5),密封后装入微波消解仪(5.7),按下面微波消解程序进行消解。使用其他消解程序应验证其适用性。

室温  $\xrightarrow{5 \text{ min}}$  120 °C (5 min)  $\xrightarrow{5 \text{ min}}$  160 °C (5 min)  $\xrightarrow{5 \text{ min}}$  200 °C (25 min)

6.2.3 消解完毕,待微波消解仪炉温降至 40 °C 以下后取出消解罐,置于控温电加热器(5.8)中,在 130 °C 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 3% 盐酸(4.4.1)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 3% 盐酸(4.4.1)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 进行试剂空白试验。

### 6.3 测定

#### 6.3.1 仪器条件

运行冷原子吸收光谱仪(5.9),表 1、表 2 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。

表 1 冷原子吸收光谱仪泵操作条件

步 骤	时间/s	泵 1 流速/(r/min)	泵 2 流速/(r/min)	阀填充/注入
1	15	100	120	填充
2	10	100	120	填充
3	15		120	注入

表 2 冷原子吸收光谱仪测汞参数

参 数	条 件
波长	253.7 nm
校准方程式	线性有截距
测量	峰面积
试样进样体积	500 $\mu$ L
载气(氦气)流量	70 mL/min

### 6.3.2 汞标准曲线的制作

开启冷原子吸收光谱仪泵,分别吸入 3%盐酸(4.4.1)与 0.2%硼氢化钠和 0.05%氢氧化钠的混合溶液(4.7),吸取汞标准空白溶液和汞标准工作溶液(4.8.3)各 500  $\mu$ L,注入冷原子吸收光谱仪,测得其吸光度值,并求得吸光度峰面积与汞浓度关系的一元线性回归方程,相关系数不应小于 0.999。

### 6.3.3 试样中汞含量的测定

开启冷原子吸收光谱仪泵,分别吸入 3%盐酸(4.4.1)与 0.2%硼氢化钠和 0.05%氢氧化钠的混合溶液(4.7),吸取试剂空白液和消解定容后的试样液各 500  $\mu$ L,注入冷原子吸收光谱仪,测得汞的吸光度值,代入 6.3.2 制作的一元线性回归方程,求得试剂空白液和试样液中的汞含量。

## 7 结果的计算与表述

试样中的汞含量,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——试样中汞的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C——测定样液中汞的浓度,单位为微克每升( $\mu$ g/L);

C<sub>0</sub>——试剂空白中汞的浓度,单位为微克每升( $\mu$ 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)。

以两次平行测定的平均值为最终测定结果,精确至 0.1 mg/kg。

平行测量结果其相对平均偏差应小于 5%。

## 8 回收率、检出限和定量限

本方法的回收率、检出限和定量限结果见表 3。

表 3 方法的回收率、检出限和定量限结果

元 素	回收率/%	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
汞	97.6	0.003	0.009

## 9 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;

