



# 中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 250—2008

## 烟草及烟草制品 汞、砷、铅含量的测定 氢化物原子荧光光度法

Tobacco and tobacco products—Determination of mercury, arsenic, lead—  
Hydride atomic fluorescence spectrophotometry

2008-04-14 发布

2008-04-14 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：湖北省烟草产品质量监督检验站、广东中烟工业公司。

本标准主要起草人：廖晓玲、汪宏毅、张婷、李青诚、李峰、李辉、沈军。

# 烟草及烟草制品 汞、砷、铅含量的测定

## 氢化物原子荧光光度法

### 1 范围

本标准规定了烟草及烟草制品中汞、砷、铅含量的氢化物原子荧光光度测定法。

本标准适用于烟草及烟草制品中汞、砷、铅含量的测定。

### 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。

GB/T 5606.1 卷烟 第1部分:抽样

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB/T 19616 烟草成批原料取样的一般原则(GB/T 19616—2004, ISO 4874:2000, MOD)

YC/T 31 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

### 3 原理

试样经消解后,在一定的酸度条件下,试样中的汞、砷、铅与硼氢化钾或硼氢化钠发生还原反应,生成挥发性的氢化物。生成的氢化物由氩气载入石英原子化器中进行原子化。在特制空心阴极灯照射下,基态汞、砷、铅原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与汞、砷、铅含量成正比。

### 4 试剂

4.1 浓硝酸( $\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$ )。

4.1.1 硝酸溶液(5%,体积分数):移取 50.0 mL 浓硝酸(4.1)于装有适量水的 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

4.1.2 硝酸溶液(1%,体积分数):移取 2.5 mL 浓硝酸(4.1)于装有适量水的 250 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

4.2 浓盐酸( $\rho_{20}=1.18\text{ g/mL}$ )。

4.2.1 盐酸溶液(10%,体积分数):移取 100 mL 浓盐酸(4.2)于装有适量水的 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

4.2.2 盐酸溶液(50%,体积分数):移取 50 mL 浓盐酸(4.2)于装有适量水的 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

4.3 过氧化氢( $\rho_{20}=1.44\text{ g/mL}$ )。

4.4 氢氧化钾溶液(5 g/L):称取 5.0 g 氢氧化钾,溶解于适量水中,定容至 1 000 mL。

4.5 硼氢化钾。

4.5.1 硼氢化钾溶液(5 g/L):称取 5.0 g 硼氢化钾(4.5),溶解于氢氧化钾溶液(4.4)中,定容至 1 000 mL。此溶液应即配即用。

4.5.2 硼氢化钾溶液(15 g/L):称取 15.0 g 硼氢化钾(4.5),溶解于氢氧化钾溶液(4.4)中,定容至



1 000 mL。此溶液应即配即用。

4.6 混合液:称取 5.0 g 硫脲和 5.0 g 抗坏血酸,溶解于适量水中,定容至 100 mL。此溶液应即配即用。

4.7 草酸溶液(10 g/L):称取 1.0 g 草酸,溶于适量水中,定容至 100 mL。

4.8 铁氰化钾溶液(100 g/L):称取 10.0 g 铁氰化钾,溶解于适量水中,定容至 100 mL。

4.9 标准物质。

4.9.1 汞标准溶液(1 mg/mL)。

4.9.2 砷标准溶液(1 mg/mL)。

4.9.3 铅标准溶液(1 mg/mL)。

4.10 标准储备液 I,通常标准储备液 I 在常温(15℃~25℃)下,保存期限为 3 个月。当出现浑浊、沉淀或有颜色变化等异常现象时,应重新配制。

4.10.1 汞标准储备液 I (10 μg/mL):移取汞标准溶液(4.9.1)1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.1.1)定容至刻度。

4.10.2 砷标准储备液 I (10 μg/mL):移取砷标准溶液(4.9.2)1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.1.2)定容至刻度。

4.11 标准储备液 II,此溶液应即配即用。

4.11.1 汞标准储备液 II (100 ng/mL):移取汞标准储备液 I (4.10.1)1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.1.1)定容至刻度。

4.11.2 砷标准储备液 II (100 ng/mL):移取砷标准储备液 I (4.10.2)1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.1.2)定容至刻度。

4.11.3 铅标准储备液 II (1 μg/mL):移取铅标准溶液(4.9.3)1.0 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.1.2)定容至刻度。

4.12 工作标准溶液,此溶液应即配即用。

4.12.1 汞工作标准溶液:分别移取汞标准储备液 II (4.11.1)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.1.1)定容至刻度。

4.12.2 砷工作标准溶液:分别移取砷标准储备液 II (4.11.2)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 混合液(4.6),用盐酸溶液(4.2.1)定容至刻度。

4.12.3 铅工作标准溶液:分别移取铅标准储备液 II (4.11.3)0 mL、0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.5 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入 1.5 mL 盐酸溶液(4.2.2)和 1.0 mL 草酸溶液(4.7),摇匀后再加入 3.0 mL 铁氰化钾溶液(4.8),用水定容至刻度。

4.13 除特别要求外,均使用优级纯试剂。分析用水至少应达到 GB/T 6682 规定的二级水水平。

## 5 仪器设备

5.1 分析天平,精确至 0.1 mg。

5.2 烘箱,鼓风式。

5.3 微波消解仪,配 50 mL 聚四氟乙烯消解罐。

5.4 控温电热板或电炉,温度范围 50℃~350℃。

5.5 原子荧光光度计,配汞、砷、铅特制空心阴极灯。

## 6 取样与试样制备

### 6.1 取样

卷烟试样按照 GB/T 5606.1 进行取样。烟叶试样按照 GB/T 19616 进行取样。



6.2 试样制备

按照 YC/T 31 制备试样,并测定试样的水分含量。

7 分析步骤

7.1 消化

称取 0.2 g~0.3 g 试样,精确至 0.1 mg,置于 50 mL 聚四氟乙烯消解罐中,加入 3 mL~4 mL 浓硝酸(4.1),待反应缓和后加入 2 mL 过氧化氢(4.3),装入外罐,旋紧密封,置于微波消解仪中。按设置的微波消解程序进行消解(消解条件应根据消解仪及压力罐的不同而需验证其合适性,参考条件见表 1),至消解完全,溶液呈透明浅黄绿色。同时做空白实验。

表 1 六体罐微波消解参考条件

步 骤	预置温度/℃	时间/min	功 率
1	50	4	1
2	100	4	2
3	150	4	3
4	180	10	2

7.2 赶酸

消解液冷却后用少量水冲洗消解罐内壁,将消解罐置于温控加热板上按以下条件赶酸,配制待测液:

- a) 汞:控制消解液温度在 120℃左右,直至消解液清亮透明,体积约为 0.5 mL~1.0 mL。冷却后用硝酸溶液(4.1.1)将消解液转移至 25 mL 容量瓶中,定容至刻度,混匀后待测。
- b) 砷:赶酸直至消解液清亮透明,体积约为 0.5 mL~1.0 mL。冷却后用盐酸溶液(4.2.1)将消解液转移至 25 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 混合液(4.6),用盐酸溶液(4.2.1)定容至刻度,混匀后待测。
- c) 铅:赶酸直至消解液清亮透明,体积约为 0.5 mL~1.0 mL。冷却后用水转移至 25 mL 容量瓶中,加入 0.75 mL 盐酸溶液(4.2.2)和 0.5 mL 草酸溶液(4.7),混匀后再加入 1.5 mL 铁氰化钾溶液(4.8),用水定容至刻度,混匀后待测。

7.3 测定

7.3.1 仪器条件

按照以下参考条件设置原子荧光仪参数,采用其他条件应验证其合适性:

- a) 汞:负高压:260 V;总灯电流:15 mA;辅助灯电流:0 mA;炉高:8 cm;炉温:300℃;载气流速:400 mL/min;屏蔽气流速:1 000 mL/min;测量方式:标准曲线法;读数方式:峰面积;延迟时间:1.0 s;读数时间:10 s。
- b) 砷:负高压:300 V;总灯电流:80 mA;辅助灯电流:40 mA;炉高:8 cm;炉温:300℃;载气流速:400 mL/min;屏蔽气流速:1 000 mL/min;测量方式:标准曲线法;读数方式:峰面积;延迟时间:1.0 s;读数时间:10 s。
- c) 铅:负高压:280 V;总灯电流:60 mA;辅助灯电流:30 mA;炉高:8 cm;炉温:300℃;载气流速:400 mL/min;屏蔽气流速:1 000 mL/min;测量方式:标准曲线法;读数方式:峰面积;延迟时间:1.0 s;读数时间:10 s。

7.3.2 测定工作标准溶液

仪器稳定后,连续用工作标准溶液(4.12)的零管进样,待读数稳定后测试工作标准溶液,绘制标准曲线。



7.3.3 测定试样待测液

可任选以下一种方法进行：

- a) 浓度测定方式：进入试样测量状态，分别测定试样空白液和试样待测液，结果按 8.1 计算。
- b) 仪器自动计算结果方式：在试样参数界面输入试样质量、稀释体积、结果浓度单位，按 7.3.2 测定工作标准溶液。在转入试样测量之前，进入空白值测量状态，用试样空白液进样，让仪器取其值作为扣底的空白值，再依次测定试样待测液。测试完毕后，仪器自动扣除试样空白值并自动计算结果。

7.4 测定次数

每个试样应平行测定两次。

8 结果的计算与表述

8.1 结果的计算

试样中汞、砷、铅含量按式(1)计算：

$$X = \frac{100 \times (c - c_0) \times V}{m \times (100 - w)} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X——试样中汞、砷、铅的含量，单位为微克每克(μg/g)；
- c——试样消化液测量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；
- c<sub>0</sub>——试样空白消化液测量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；
- V——试样消化液总体积，单位为毫升(mL)；
- m——试样质量，单位为克(g)；
- w——试样水分的质量分数，%。

8.2 结果的表述

以两次平行测定的平均值为测定结果，结果精确至 0.01 μg/g。

9 检出限、线性范围和添加回收率

汞、砷、铅的检出限分别为：0.06 ng/mL、0.09 ng/mL、0.22 ng/mL，方法在 0~250 ng/mL 范围内线性良好。汞、砷、铅不同水平的添加回收率见表 2。

表 2 汞、砷、铅不同水平的添加回收率

项 目	添加量/(μg/g)	测量值/(μg/g)	回收率/%	相对标准偏差/%
汞	0.040	0.040	100.0	8.3
	0.060	0.064	106.7	14.3
	0.080	0.082	102.5	8.4
砷	0.200	0.210	105.0	7.7
	0.400	0.380	95.0	6.6
	0.600	0.570	95.0	6.4
铅	1.000	1.040	104.0	2.8
	2.000	2.010	100.5	9.1
	4.000	3.910	97.8	9.1

## 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  
烟草及烟草制品 汞、砷、铅含量的测定  
氢化物原子荧光光度法

YC/T 250—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](http://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

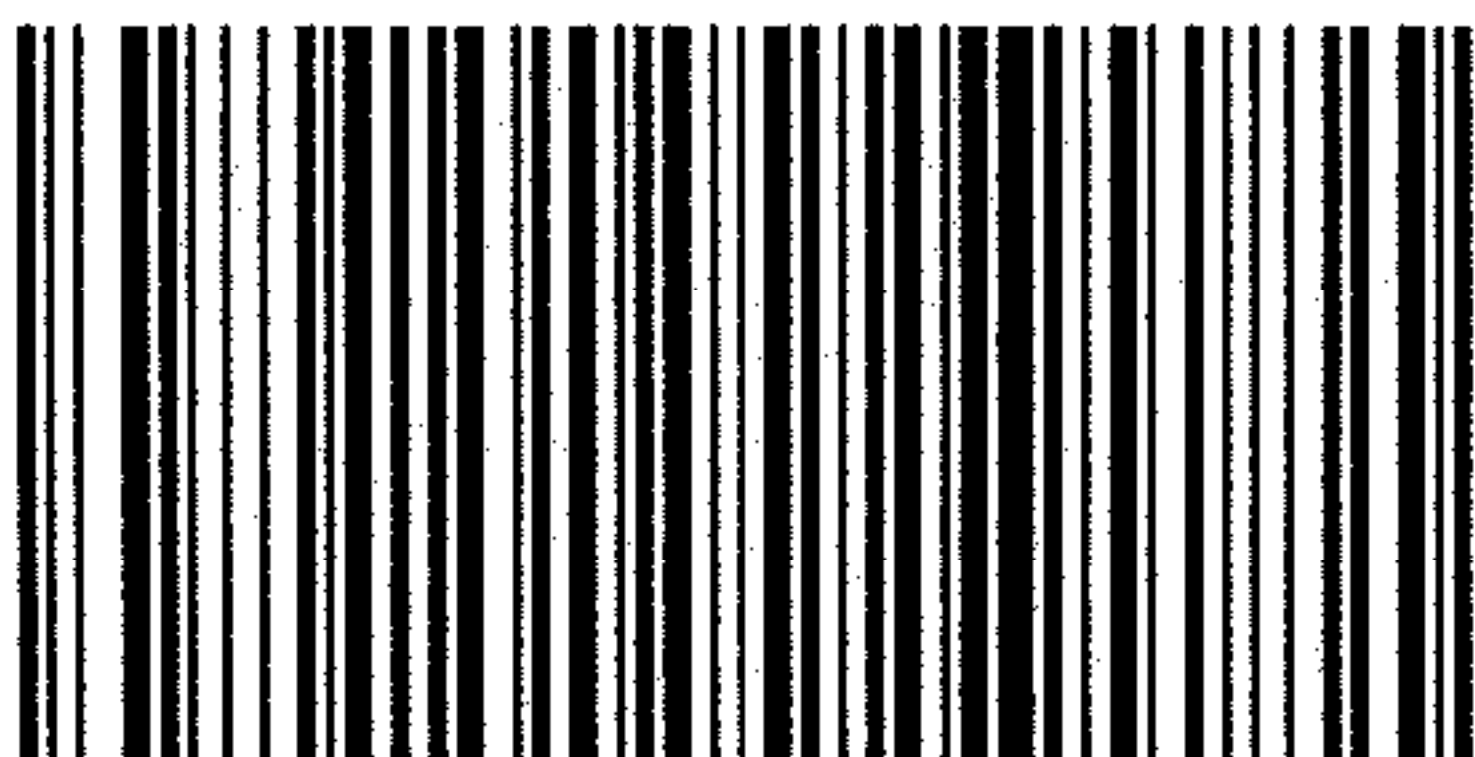
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字  
2008 年 5 月第一版 2008 年 5 月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-18748

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



YC/T 250-2008