



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4420—2016

## 出口烟草及烟草制品中铅、砷、汞、镉、铬 的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of lead, arsenic, mercury, cadmium, chromium in  
tobacco and tobacco products for export—Inductively coupled  
plasma mass spectrometry method

2016-03-09 发布

2016-10-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国云南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：杨玲春、陈宏仙、殷红、王裔耿、朱红玉、陈芸、陈丽萍、李云飞、戚晓燕。

# 出口烟草及烟草制品中铅、砷、汞、镉、铬的测定 电感耦合等离子体质谱法

## 1 范围

本标准规定了出口烟草及烟草制品中铅、砷、汞、镉、铬的电感耦合等离子体质谱的测定方法。  
本标准适用于出口烟草及烟草制品中铅、砷、汞、镉、铬的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 方法原理

试样经硝酸-过氧化氢消解后,在线加入内标补偿基体效应,在选定的仪器参数下,待测液进入电感耦合等离子体质谱仪,在等离子体的高温作用下,经雾化、原子化、离子化后进入质谱检测器,其质荷比强度与样品中被测物的浓度成正比,与标准系列比较定量。

## 4 试剂和材料

除非有特殊说明,所用试剂均为优级纯,试验用水为电导率大于或等于 18.2 MΩ/cm 超纯水。

- 4.1 硝酸(65%,质量浓度):优级纯。
- 4.2 过氧化氢(30%,质量浓度):优级纯。
- 4.3 硝酸溶液(5+95,体积比):取 50 mL 硝酸(4.1),用超纯水定容到 1 000 mL。
- 4.4 质谱调谐液(Li、Mg、Y、Ce、Tl、Co):1 μg/L。
- 4.5 铬、砷、铅、镉元素混合标准贮备液:10 mg/L。
- 4.6 汞元素标准贮备溶液:1 000 mg/L。
- 4.7 汞元素标准工作溶液 2 mg/L:取标准贮备溶液(4.6)0.1 mL 于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,摇匀,此标准溶液浓度为 2 mg/L。现用现配。
- 4.8 内标储备溶液(<sup>6</sup>Li、Sc、Ge、Y、In、Tb、Bi):10 mg/L,Agilent part # 5183-4680 或相当者。
- 4.9 内标溶液(<sup>6</sup>Li、Sc、Ge、Y、In、Tb、Bi):取内标储备液(4.8)5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,摇匀,此内标溶液浓度为 1 mg/L。
- 4.10 液氩或高纯氩气(纯度≥99.999%)。
- 4.11 高纯氦气(纯度≥99.999%)。

## 5 仪器与设备

- 5.1 电感耦合等离子体质谱仪。

- 5.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。
- 5.3 微波消解仪。
- 5.4 聚四氟乙烯密封消解罐:50 mL。
- 5.5 超纯水净化器。
- 5.6 透明塑料容量瓶。

6 分析步骤

6.1 试样制备与保存

根据样品的状态,烟叶试样,从样品各部分随机抽取一部分烟叶,用软毛刷将烟叶上的细土和砂粒刷去,抽去主脉,将烟叶剪成片或切成丝;卷烟试样,应将卷烟纸和滤材从烟丝中剔除干净。将烟叶(或烟丝)放入烘箱中,在不高于 40 ℃的烘箱中烘干,直至可用手指捻碎;从烘箱中取出烘好的烟叶(或烟丝),马上研磨,持续研磨时间不应超过 2 min。然后过 100 目筛,未过筛的细脉应重新研磨过筛。将过筛粉末全部样品充分拌匀,装入洁净的容器内,作为试样。密封并标明标记。试样应于室温下保存。在制样的操作过程中,应防止样品污染。

6.2 试样消解

称取均质样品试样约 0.2 g~0.3 g(精确至 0.001 g),于消解罐(5.4)中,加入 5 mL 硝酸(4.1)和 1 mL 过氧化氢(4.2),旋紧密封,置于微波消解仪(5.3)中,参照附录 A 表 A.1 设定微波消解程序。消解结束后,冷却至室温,将消解液转移至 50 mL 容量瓶(5.6)中,用超纯水稀释至刻度,摇匀,待测定。

6.3 标准溶液工作内曲线

取铬、砷、铅、镉元素混合标准贮备液(4.5)和汞元素标准工作溶液(4.7)各 5 mL;置于 50 mL 容量瓶(5.6)中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,为标准使用溶液,分取 0.00 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.25 mL、2.50 mL 标准使用溶液分别置于 50 mL 容量瓶(5.6)中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,此混合标准溶液中各元素浓度见表 1。

表 1 混合标准溶液中各元素浓度

元素	系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
Hg(μg/kg 或 μg/L)	0.00	0.40	1.00	2.00	5.00	10.00
As、Pb、Cd、Cr(μg/kg 或 μg/L)	0.00	2.00	5.00	10.00	25.00	50.00
注:可根据样品中杂质的实际含量确定标准系列中各金属元素的具体浓度。						

6.4 空白试验

除不加入待测试样外,其他均按上述步骤 6.2 操作。  
所有器皿均需要以硝酸溶液(4.3)浸泡 24 h,用水反复冲洗,最后用去离子水冲洗干净。  
消化罐在使用前应使用硝酸溶液(4.1)按消解程序(参见附录 A 表 A.2)进行两次酸煮后用去离子水冲洗干净,避尘晾干备用。

6.5 测定

参照附录 B 中表 B.1 调整仪器工作条件,用质谱调谐液(4.4)参照附录 B 中表 B.2 调整仪器参数。



参照附录 B 中表 B.3 选取内标元素,在线加内标。按顺序依次对标准溶液、空白溶液和试样溶液进行测定,根据信号强度和铅、砷、汞、镉、铬元素的浓度绘制标准曲线,内标法定量。若测定结果超出标准曲线的线性范围,应将试样稀释后再测定,确定稀释因子。

7 结果计算

试样中各元素含量按式(1)进行计算,计算结果保留两位有效数字。

$$X_i = \frac{C_i \times V \times F}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  
*X<sub>i</sub>* ——分析试样中待测元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);  
*C<sub>i</sub>* ——分析试样溶液中被测元素的浓度(扣空白后),单位为微克每升(μg/L);  
*V* ——测试溶液的体积,单位为毫升(mL);  
*F* ——稀释因子;  
*m* ——分析试样的质量,单位为克(g)。

8 测定低限、精密度和回收率

8.1 测定低限(LOQ)

当取样量为 0.2 g,定容至 50 mL 时,本方法检出限,铅为 0.015 mg/kg、砷为 0.07 mg/kg、汞为 0.007 5 mg/kg、镉为 0.075 mg/kg、铬为 0.080 mg/kg。

8.2 精密度(RSD)

在所测定的烤烟、白肋烟、香料烟、烤烟型卷烟、混合型卷烟每类样品各 4 个水平分析 7 个平行样,进行方法精密度实验,各测定元素的精密度(RSD)如表 2 所示。

表 2 混合标准溶液中各元素浓度

元素	Pb	As	Hg	Cd	Cr
相对标准偏差/%	0.63~4.72	0.39~4.82	0.54~4.81	0.61~4.67	0.12~4.69

8.3 回收率

不同种类样品中添加浓度水平的回收率范围参见表 3。

表 3 不同种类样品中添加浓度水平的回收率范围

元素	添加水平 (mg/kg)	回收率 %				
		烤烟	白肋烟	香料烟	烤烟型卷烟	混合型卷烟
Pb	0.015	93.3~113.3	80.0~113.3	80.0~113.3	80.0~113.3	86.7~106.7
	0.31	82.2~105.4	82.5~101.9	80.3~108.4	84.8~99.0	92.9~107.1
	0.62	83.2~104.7	93.5~107.4	88.1~100.3	80.2~98.9	86.1~110.8

SN/T 4420—2016

表 3（续）

元素	添加水平 (mg/kg)	回收率 %				
		烤烟	白肋烟	香料烟	烤烟型卷烟	混合型卷烟
As	0.070	80.0~102.9	85.7~101.4	84.3~108.6	71.4~114.3	85.7~115.7
	0.14	85.7~107.9	85.7~107.1	87.1~107.1	80.0~116.4	81.4~107.1
	0.28	82.1~90.4	81.4~102.5	89.3~109.6	82.5~92.1	85.0~104.6
Hg	0.007 5	82.7~98.7	81.3~94.7	82.7~109.3	84.0~116.0	80.0~109.3
	0.015	84.7~98.0	80.7~97.3	90.7~106.0	86.7~118.0	106.0~116.7
	0.030	89.0~115.0	91.3~107.3	86.0~110.3	87.0~103.3	95.0~103.3
Cd	0.075	84.0~16.0	82.7~112.0	85.3~117.3	81.3~97.3	85.3~106.7
	0.15	88.7~102.7	83.3~100.7	86.0~97.3	80.0~101.3	82.0~117.3
	0.30	83.7~97.3	83.0~117.0	83.0~115.0	84.3~110.0	80.7~104.3
Cr	0.080	83.7~118.7	80.0~117.5	83.7~115.0	80.0~105.0	80.0~110.0
	0.16	98.1~108.7	82.5~95.6	87.5~118.7	81.3~108.1	86.8~105.0
	0.32	87.2~113.7	81.3~103.7	82.2~110.0	89.4~95.3	80.9~105.6



附 录 A  
(资料性附录)  
微波消解程序<sup>1)</sup>

微波消解程序见表 A.1 和表 A.2。

表 A.1 CEM MARS 微波消解程序

步骤	1	2	3
控制温度/℃	120	150	165
加热时间/min	5	6	3
保持时间/min	3	8	40

表 A.2 CEM MARS 微波消解罐清洗程序

步骤	1	2	3
控制温度/℃	120	150	200
加热时间/min	5	6	3
保持时间/min	3	6	10

1) 非商业性声明：附录 A 所列参数是用 CEM MARS 微波消解仪完成的，此处列出试验用仪器型号是为了提供参考，并不涉及商业目的，鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器。

SN/T 4420—2016

附 录 B

(资料性附录)

ICP-MS7500cx 的参考工作条件<sup>2)</sup>

ICP-MS7500cx 的参考工作条件见表 B.1～表 B.3。

表 B.1 ICP-MS7500cx(Agilent)仪器工作条件及参数

参数	数值	参数	数值
雾化器	同心雾化器	雾化室	石英双通道雾化室
炬管	石英一体化,1.5 mm 中心通道	雾化室温度	2 ℃
采样锥/截取锥	1.0/0.4 mm 镍锥	样品提升速度	0.1 r/s
高频发射功率	1 550 W	载气流量	0.73 L/min
采样深度	8.0 mm	补偿气流量	0.40 L/min
等离子体气流量	15 L/min	氦气流量	6.0 mL/min

表 B.2 ICP-MS7500cx(Agilent)仪器测量参数

参数	数值	参数	数值
干扰指标:CeO <sup>+</sup> /Ce <sup>+</sup>	<2%	干扰指标:Ce2 <sup>+</sup> /Ce <sup>+</sup>	<3%
灵敏度:(CPS)	正常模式	灵敏度:(CPS)	氦模式
Li(7)	>2 400	Li(7)	>1 000
Y(89)	>6 400	Y(89)	>1 000
Tl(205)	>3 200	Tl(205)	>1 000

表 B.3 元素的质荷比及内标元素选择

元素的质荷比	元素	积分时间 s	内标元素
52,53	Cr	0.3	Ge72
75	As	0.3	Ge72
111,114	Cd	0.3	In115
206,207,208	Pb	0.3	Bi209
202	Hg	0.3	Bi209

2) 非商业性声明:附录 B 所列参数是用 Agilent7500cx 电感耦合等离子体质谱仪完成的,此处列出试验用仪器型号是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器。