



中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 157—2001
idt ISO 10362-1:1999

卷烟 总粒相物中水分的测定 气相色谱法

Cigarettes—Determination of water in smoke condensates
—Gas-chromatographic method

2001-04-23 发布

2001-07-01 实施

国家烟草专卖局 发布

中华人民共和国烟草
行 业 标 准
卷烟 总粒相物中水分的测定
气相色谱法

YC/T 157—2001

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 9 千字
2002 年 2 月第一版 2002 年 2 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·2-14136 定价 8.00 元
网址 www.bzcbbs.com

*

科 目 593—569

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准等同采用 ISO 10362-1:1999《卷烟——烟气冷凝物中水分的测定——第 1 部分：气相色谱法》。本标准在技术内容上与 ISO 10362-1 等同，在编写规则上与之不同。本标准的引用标准采用已经转化为行业标准的国际标准。

本标准对 YC/T 8《卷烟烟气总粒相物水分和烟碱测定》进行了技术修订，将 YC/T 8 两个萃取液测定偏差为 3% 的规定取消。

本标准自实施之日起，同时代替 YC/T 8—1993。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由全国烟草标准化技术委员会卷烟分技术委员会提出。

本标准由全国烟草标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家烟草质量监督检验中心。

本标准主要起草人：刘惠民、李荣、张艳革、马明、陈再根。

ISO 前言

国际标准化组织(ISO)是一个全球性的国家标准联合会,国际标准的制定一般是通过 ISO 的各技术委员会进行的。会员国对已经建立的技术委员会均有权参加。与 ISO 合作的政府性和非政府性国际组织也参加国际标准的制定。ISO 与国际电工委员会(IEC)在电工标准化方面进行密切合作。

国际标准按照 ISO/IEC 导则第 3 部分起草。
被技术委员会采纳的国际标准草案要分发至各会员国投票,发布国际标准需要 75%参加投票的会员国投赞成票。

需要注意的是 ISO 10362 本部分的个别条款可能会涉及到专利权保护方面的一些问题,ISO 不承担识别专利权的责任。

国际标准 ISO 10362-1 由国际标准化组织第 126 技术委员会烟草和烟草制品 TC126 制定。
本标准第二版对第一版(ISO 10362-1:1991)进行了编辑性修改,取消并取代第一版。
在“卷烟 总粒相物中水分的测定”标题下,ISO 10362 由两部分组成:
——第 1 部分:气相色谱法
——第 2 部分:卡尔·费休法
ISO 10362 的本部分的附录为提示的附录。

中华人民共和国烟草行业标准

卷烟 总粒相物中水分的测定 气相色谱法

YC/T 157—2001
idt ISO 10362-1:1999

Cigarettes—Determination of water in smoke condensates
—Gas-chromatographic method

代替 YC/T 8—1993

1 范围

本标准规定了卷烟烟气总粒相物中水分的一种气相色谱测定方法。卷烟的抽吸和主流烟气的收集一般按照 YC/T 29《卷烟 用常规分析用吸烟机测定总粒相物和焦油》进行。

本标准适用于标准和非标准抽吸所得到的卷烟烟气总粒相物中水分的测定。

注：若不使用气相色谱法，应使用卡尔·费休法测定总粒相物中的水分。卡尔·费休法测出的水分结果同样有效，但应在结果中注解说明。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

YC/T 29—1996 卷烟 用常规分析用吸烟机测定总粒相物和焦油

3 原理

将主流烟气的总粒相物溶解于含有内标物的萃取剂中，用气相色谱法测定萃取液的水分含量，计算出总粒相物中的水分含量。

4 试剂

使用分析纯级试剂。

4.1 载气：氮气或氦气。

4.2 异丙醇：水分含量不高于 1.0 mg/mL。

4.3 内标物：乙醇或甲醇（最低纯度 99%）。

4.4 萃取剂：含有合适浓度内标物（4.3）的异丙醇（4.2），一般为 5 mL/L。若萃取剂贮存时温度未经控制，使用前应将其温度平衡至 $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

4.5 标准物质：蒸馏水或去离子水。

4.6 标准溶液：加入一定量的水（4.5）于萃取剂（4.4）中，制备至少 4 个标准溶液，其浓度应覆盖预计在样品溶液中检测到的水分浓度（一般最高浓度为 4 mg/mL），其中一个标准溶液不加水（溶剂空白）。

为防止吸水，盛放萃取剂的容器应装有去水装置，所有溶液均应密封，萃取剂在使用之前应持续搅拌以使水分均匀，标准溶液制备所用萃取剂应与 6.1 所用萃取剂为同一批。

建议标准溶液至少每周制备一次。

5 仪器、设备

常用试验设备及下述各项。

5.1 气相色谱仪:配有热导池检测器、记录仪和积分仪或其他合适的数据处理装置。

玻璃器皿和色谱瓶盖应贮存于干燥器中直至使用。

5.2 色谱柱:内径(2~4) mm,长度(1.5~2) m。固定相:150 μm (100 目)~190 μm (80 目)的 Porapak Q。色谱柱最好使用去活的不锈钢柱,其他材料如玻璃或镀色谱柱也可以使用。也可以使用 Porapak QS 或 Chromosorb 102 固定相。

5.3 加液器:最好是自动的,可以取需要体积的萃取剂(4.4)。加液器在加液前应至少放出 50 mL 萃取剂冲洗。

6 操作步骤

6.1 试样

将吸烟机抽吸卷烟得到的总粒相物用一定体积的萃取剂(4.4)溶解,44 mm 玻璃纤维滤片用萃取剂 20 mL,92 mm 滤片用萃取剂 50 mL,应确保萃取剂浸没滤片。只要能够有效萃取总粒相物,也可以调整萃取液的体积以得到适合于标准曲线(参见 6.3)的萃取液水分浓度。标准的卷烟抽吸参见 YC/T 29。

6.2 仪器准备

按照制造商说明调整和操作气相色谱仪(5.1),应确保水分峰、内标峰和溶剂峰完全分离,分析时间大约 4 min,分析之前应注入 2 μL 萃取剂调节仪器。

合适的操作条件如下:

- 柱箱温度:170 $^{\circ}\text{C}$ (等温线);
- 进样口温度:250 $^{\circ}\text{C}$;
- 检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$;
- 载气:氦气,流量大约 30 mL/min;
- 进样体积:2 μL 。

注:若检测器灵敏度足够高,也可以使用氮气。

6.3 标准曲线制作

将一定体积(2 μL)标准溶液(4.6)注入气相色谱仪,记录水分和内标物(4.3)的峰面积(或峰高),此操作至少进行 2 次。

计算水分与内标物的峰面积比(或峰高比),做出水分浓度与峰面积比的关系曲线或计算出回归方程。

标准曲线应每天制作一次。另外每 20 个样品测定后应注入一中等浓度的标准溶液,若所得结果与原浓度相差超过 5%,则应重新制作标准曲线。

注:由于萃取剂中含有水分,回归曲线不过原点。

若萃取剂水分含量超过 1.0 mg/mL,则不应使用该批萃取剂。

6.4 空白试验

由于烟气捕集器和溶剂吸收水分,应测定样品空白。用另外的装有滤片的捕集器(每 100 支卷烟至少 2 个)按与收集烟气的捕集器相同的方法制备样品空白。吸烟过程中将空白捕集器放在吸烟机旁边,与样品同样萃取、分析。

6.5 测定

将样品溶液(6.3)和空白溶液(6.4)注入气相色谱仪,计算峰面积比(或峰高比)。

在同样的条件下重复测定 2 次,计算平行测定的平均峰面积比(或峰高比)。

注:若测定结果是由几个通道的结果平均得到,且采用自动进样器,可不进行平行测定。

7 结果的表述

用 6.3 制作的标准曲线或回归方程计算样品萃取液和空白萃取液的水分浓度。
总粒相物的水分含量 m_w , 以每支卷烟所含的毫克数表示, 由式(1)得出:

$$m_w = \frac{\rho_{ws} - \rho_{wb}}{q} \cdot V_{ES} \dots\dots\dots (1)$$

式中: ρ_{ws} —— 样品溶液的水分浓度, mg/mL;
 ρ_{wb} —— 空白溶液的水分浓度, mg/mL;
 q —— 吸入每个捕集器的烟支数;
 V_{ES} —— 萃取剂体积, mL。

每通道结果精确至 0.01 mg, 平均值精确至 0.1 mg。

8 重复性和重现性

1990 年用 6 个样品, 由 30 个实验室参加的一项国际共同试验研究表明, 当按照 YC/T 29 抽吸卷烟, 用本方法测定水分含量时, 得到了下述重复性值 r 和重现性值 R 。

由同一操作者使用相同的仪器在尽可能短的时间内用可比的样品得到的两个结果之间的差值超出重复性值 r 的情况平均每二十次不多于一次。

在正常和正确使用本方法的情况下, 两个实验室得到的单个结果之间的差值超出重现性值 R 的情况平均每二十次不多于一次。

数据分析结果见表 1。

表 1 数据分析结果 mg

平均值 m_w	重复性值 r	重现性值 R
0.083	0.154	0.241
0.153	0.228	0.353
0.338	0.272	0.381
0.962	0.407	0.734
1.595	0.561	0.935
3.187	0.908	1.680

计算 r 和 R 时, 一个测试结果是在一次抽吸试验中抽吸 20 支卷烟得到的平均值。

9 测试报告

测试报告应给出每支卷烟的水分含量和使用的方法, 以及所有可能影响结果的条件(如抽吸时的环境条件), 还应给出样品的唯一性资料。

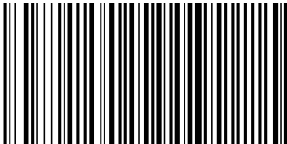
附 录 A
(提示的附录)

本方法与烟碱测定方法的同时使用

本方法可以与 YC/T 156《卷烟 总粒相物中烟碱的测定 气相色谱法》规定的方法同时使用。可如下进行：

- 在 4.4 的萃取剂中加入适量烟碱测定的内标物；
- 将总粒相物萃取液注入烟碱分析色谱柱，该色谱柱连接到火焰离子化检测器上，同时注入本方法规定的水分分析色谱柱中。

使用带有分流系统的双进样口气相色谱仪，配备自动进样器，可以实现烟碱和水分的同时自动分析。同一萃取液顺序测定烟碱和水分时，应先测定水分，避免样品吸收水分而影响水分测定结果。



YC/T 157-2001

版权专有 侵权必究

*

书号：155066·2-14136

定价：8.00 元

*

科 目 593—569