

前 言

本标准等同采用 ISO 10315:2000《卷烟——烟气冷凝物中烟碱的测定——气相色谱法》。本标准在技术内容上与 ISO 10315 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—1993《卷烟烟气总粒相物水分和烟碱测定》进行了如下技术修订:

增加了备择固定相、内标物质;

增加了毛细管气相色谱柱。

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 10315 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 10315 由国际标准化组织第 126 技术委员会烟草和烟草制品 TC126 制定的。

本第二版对第一版(ISO 10315:1991)进行了技术性修改,取消并取代第一版。

本标准的附录 A 为提示的附录。

中华人民共和国烟草行业标准

卷烟 总粒相物中烟碱的测定 气相色谱法

YC/T 156-2001
idt ISO 10315:2000

代替 TC/T 8-1993

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

1 范围

本标准规定了卷烟烟气总粒相物中烟碱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 进行。

本标准适用于标准与非标准抽吸所得到的卷烟烟气总粒相物中烟碱的测定。

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

YC/T 34—1996 烟草及烟草制品 总植物碱的测定 光度法

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烟碱含量,计算出总粒相物中的烟碱含量。

4 试剂

使用分析纯级试剂。

4.1 载气:高纯氮气或氦气。

4.2 辅助气体:空气、高纯氢气。

4.3 异丙醇:水分含量不高于 1.0 mg/mL。

4.4 内标物:正十七碳烷或喹哪啶(最低纯度 99%)。

在测定纯度符合要求且不与其他烟气组分同时洗脱的情况下,香芹酮、正十八碳烷或其他物质也可用做内标物。应监控每个样品测定时内标物的峰面积保持不变,如果改变,应使用不加内标物的样品萃取液进行验证,确认样品液组分不在内标物的峰位置处洗脱。

4.5 萃取剂:含有适当浓度内标物(4.4)的异丙醇,一般为(0.2~0.5) mg/mL。若萃取剂存放时未控制温度,使用之前应平衡至(22±2)℃。

4.6 标准物质:按照 YC/T 34 验证的已知纯度的烟碱,于(0~4)℃避光保存。也可以使用按照 YC/T 34 验证的已知纯度的水杨酸烟碱盐。

4.7 标准溶液:将烟碱(4.6)溶解于萃取剂中,制备至少 4 个标准溶液,其浓度范围应覆盖预计在样品中检到的浓度(一般 0.02 mg/mL~2.0 mg/mL)。标准溶液应于(0~4)℃避光保存。低温保存的萃取剂

国家烟草专卖局 2001-04-23 批准

2001-07-01 实施

和溶液在使用之前应平衡至 $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5 仪器、设备

常用试验仪器及下述各项。

5.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器、记录仪和积分仪或其他合适的数据处理设备(参见第9章)。

5.2 色谱柱:内径 $(2 \sim 4)$ mm,最佳长度 $(1.5 \sim 2)$ m。色谱柱最好是玻璃的,其他材料如不锈钢或镍制成的色谱柱也可使用。固定相:150 μm (100目) $\sim$ 190 μm (80目)酸洗的硅烷化担体上涂渍10% PEG20M+2%氢氧化钾(参见第9章)。

6 操作步骤

6.1 试样

将机器抽吸卷烟得到的烟气冷凝物溶解于一定体积的萃取剂(4.5)中,44 mm 玻璃纤维滤片用20 mL萃取剂,92 mm 玻璃纤维滤片用50 mL萃取剂,应确保萃取剂浸没滤片。只要能保证萃取效率,萃取剂的体积也可调整以给出合适的标准曲线烟碱浓度(参见6.3)。应尽快进行分析,但如果需要存放,应于 $(0 \sim 4)^\circ\text{C}$ 避光保存。标准的卷烟抽吸参见YC/T 29。

6.2 仪器准备

按照制造商的说明调整和操作气相色谱仪(5.1)。应确保溶剂峰、内标物峰、烟碱峰及其他烟气组分的峰完全分离(参见第9章),尤其是与新植二烯的峰分离完全(它的峰有时会在烟碱峰尾部出现)。

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:氦气或氮气,流量30 mL/min;
- 进样体积:2 μL 。

采用上述条件,分析时间大约 $(6 \sim 8)$ min。

6.3 标准曲线制作

分别取标准溶液(4.7)2 μL 注入气相色谱仪,记录烟碱和内标物(4.4)的峰面积(或峰高),至少进行两次测定。

计算每个标准溶液烟碱与内标物的峰面积比(或峰高比),做出烟碱浓度与峰面积比的关系曲线或计算出回归方程,应为直线关系,且通过坐标原点。用斜率进行计算。

每天进行一次标准曲线制作。另外,每20次样品测定后应注入一个中等浓度的标准溶液,如果测得的值与原值相差超过3%,则应重新进行整个标准曲线制作。

6.4 测定

注入一份(2 μL)试料(6.1)于气相色谱仪,计算烟碱与内标物的峰面积比(或峰高比)。同一试样重复测定两次。计算两次测定的平均比值。如果最终测定结果是取几个通道测定结果的平均值,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条制作的标准曲线或线性回归方程计算试样的烟碱浓度,由烟碱浓度计算总粒相物的烟碱含量,除以抽吸的烟支数,结果以每支卷烟的毫克数表示,每通道精确至0.01 mg,平均值精确至0.1 mg。

8 重复性和重现性

1990 年采用 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,在按照 YC/T 29 抽吸卷烟,采用本方法测定烟气冷凝物中烟碱的情况下,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设备,在尽可能短的时间间隔内,用可比的样品得到的两个结果超出重复性值的情况平均每二十次不超过一次。

两个实验室用可比的样品得到的两个结果超出重现性值的情况平均每二十次不超过一次。

数据分析结果见表 1。

表 1 数据分析结果 mg

平均值 m_N	重复性值 r	重现性值 R
0.091	0.040	0.069
0.179	0.046	0.069
0.326	0.050	0.076
0.673	0.077	0.109
0.835	0.079	0.142
1.412	0.107	0.195

计算 r 和 R 时,一个测定结果是指在一次抽吸试验中抽吸 20 支卷烟所得到的平均值。

抽样带来的误差参见 ISO 8243:1991《卷烟 抽样》

9 备择的气相色谱方法及注意事项

9.1 概要

研究发现其他的填充柱和毛细管色谱柱也可用于总粒相物中烟碱的测定。如果使用这些色谱柱,应确保烟碱、内标物及其他烟气组分和溶剂分离完全。

这样第 8 章中列出的数据不再适用。

9.2 备择色谱柱

9.2.1 填充柱

5.2 条规定的色谱柱可以使用下述固定相:

- 2% Versamid 900+1% 氢氧化钾;
- 7% PEG20000+3% 聚苯氧醚(6 环);
- 低用量 PEG 20000(加与不加氢氧化钾均可)。

9.2.2 毛细管柱

可以使用分析极性化合物的膜厚小于等于 $1\ \mu\text{m}$ 的熔融硅毛细管柱(内径 $0.2\ \text{mm}\sim 0.53\ \text{mm}$)。

碱去活的聚乙烯基乙二醇固定相,如 CAM (J&W Scientific 公司生产)、Carbowaxamine (Supelco 公司生产)、Stabilowax-DB (Restek 公司生产)、CP WAX-51 (Chrompack 公司生产)与 9.2.1 中用 PEG 20000+氢氧化钾固定相装填的填充柱效果基本相同。

9.3 进样系统

9.2.1 和 9.2.2 中描述的色谱柱需要不同的进样系统,操作条件可能需要根据色谱柱的不同而加以改变,也可能需要根据制造商的说明对条件进行最佳化。使用毛细管色谱柱时,采用恒温或程序升温、保持多长时间、使用何种载气及线速度、分流比均需要设定。例如,对于长 $15\ \text{m}$ 、内径 $0.32\ \text{mm}$ 、膜厚 $0.25\ \mu\text{m}$ 的毛细管色谱柱,典型的分析条件如下:

柱箱温度: $160\ \text{C}$ (保持 $4.5\ \text{min}$), $30\ \text{C}/\text{min}$ 速度升至 $200\ \text{C}$ (保持 $1.5\ \text{min}$);

载气:氦气,线速度 25 mm/s 左右;

——分流比:20 : 1。

采用上述条件,分析时间大约(7~8) min。

9.4 备择内标物

对备择内标物也进行了研究,它们是香芹酮、喹哪啶和正十八碳烷。在进行纯度测定后,并确认它们不与烟气组分同时洗脱的前提下,也可以使用。应监测每个样品测定时内标物峰面积不变。

如果内标物峰面积改变,应使用不含内标物的总粒相物萃取液进行测定,以确认烟气冷凝物萃取液在内标物峰位置处没有烟气组分洗脱。

10 测试报告

测试报告应说明每支卷烟的烟碱产生量和使用的方法,应包含可能影响结果的所有条件(如抽吸时的大气条件),还应包括样品的唯一性资料。

附 录 A

(提示的附录)

本方法与气相色谱测定水分方法的同时使用

本方法可以与 YC/T 157《卷烟 总粒相物中水分的测定 气相色谱法》规定的方法同时使用。要做到这点:

- 在 4.5 规定的溶剂中加入适量的水分测定内标物;
- 载气最好使用氦气;
- 将总粒相物萃取液分别注射到连接有热导池检测器的水分析柱上和本方法规定的烟碱分析柱上。

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。
