

## 前 言

本标准修改采用 ISO 6488-1:1997《烟草——水分的测定——第 1 部分：卡尔费林法》(英文版)。

本标准根据 ISO 6488-1:1997 重新起草。

考虑到我国国情,本标准在采用国际标准时进行了修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。在附录 A 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

为便于使用,对于 ISO 6488-1:1997 本标准还做了下列编辑性修改:

——将“ISO 4874:1981”、“ISO 5725-2:1994”改为“YC/T 5”及“GB/T 6379”;

——删除 ISO 6488-1:1997 的前言。

本标准的附录 A 是资料性附录。

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(TC144)归口。

本标准起草单位:中国烟草标准化研究中心。

本标准主要起草人:陈燕、潘彦、马明、李栋。

# 烟草 水分的测定 卡尔费休法

## 1 范围

本标准规定了常规分析用未加香烟草中水分的测定方法——卡尔费休法。  
本标准适用于未加香烟草。

## 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/T 5 烟草成批取样的一般原则

YC/T 31—1996 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**烟草水分 water content of tobacco**

用无水甲醇萃取的烟草中的水分含量。

### 3.2

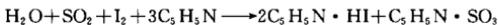
**未加香烟草 uncased tobacco**

未经过加香或稀释等的烟草。

## 4 原理

烟草样品中加入无水甲醇并萃取，移取萃取液在反应瓶中，用卡尔费休试剂滴定并计算样品水分含量。

卡尔费休试剂(碘、二氧化硫、吡啶和甲醇组成的溶液)能与试样中的水定量反应，反应式如下：



## 5 试剂

使用分析纯级试剂，水应为蒸馏水或同等纯度的水。

5.1 卡尔费休试剂：其滴定度约为 2 mg/mL~5 mg/mL。

5.2 甲醇：分析纯，含水量小于质量分数 0.05%。

5.3 活性硅胶：用作填充干燥剂。

## 6 仪器

所使用的玻璃仪器应在(105±5)℃下加热至少 1 h，并放入密闭的干燥器中冷却备用。

6.1 卡尔费休水分测定仪：由 6.1.1 至 6.1.5 组成。

6.1.1 终点电量测定装置。

6.1.2 铂电极。

- 6.1.3 电磁搅拌器。
- 6.1.4 反应瓶。
- 6.1.5 滴定管,适用于甲醇和卡尔费休试剂。
- 6.2 机械振荡器,振动频率为 155 次/min。
- 6.3 微量注射器,50 μL。
- 6.4 单刻度移液管,10 mL,20 mL。
- 6.5 锥形瓶,250 mL, 500 mL。
- 6.6 烘箱,保持温度(105±5)℃。

7 卡尔费休试剂的标定

7.1 滴定

在反应瓶(6.1.4)中加入足量的甲醇(5.2)以浸没铂电极末端,用卡尔费休试剂(5.1)滴定甲醇中水分至终点。

注:通常滴定是在反应瓶中的残留溶液中进行的,当反应瓶中液体的体积超过一定的限度后,应将废液排出一定体积,使溶液仍能浸没电极端部。有时这样做会使甲醇浓度逐步降低至反应不能有效地进行,并产生沉淀,使滴定结果不准确。应根据经验决定何时应该将反应瓶中的液体全部排出,再重新注入甲醇。

用微量注射器(6.3)吸入多于 20 μL 水,为确保注射器中无气泡,应将注射器倒置,轻拍注射器将气泡赶至针头处,然后推动活塞至 20 μL 刻度,用滤纸迅速擦去针尖的水,小心地将水迅速注入反应瓶中,应注意不可将水溅到瓶壁上,若针尖处挂有水滴,应将针尖轻触液面使水进入溶液中。

用卡尔费休试剂(5.1)滴定,记录滴定耗用试剂的体积。

重复滴定,如果两次滴定的偏差超过 0.03 mL,计算平均滴定体积。

每天试验前均应标定卡尔费休试剂。

7.2 滴定度的计算

卡尔费休试剂的滴定度由式(1)给出:

$$E = \frac{m_w}{V_w} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

E——卡尔费休试剂的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m_w$ ——加入水的质量,单位为毫克(mg);

$V_w$ ——滴定耗用的卡尔费休试剂的平均体积,单位为毫升(mL)。

8 试验步骤

8.1 抽样

按 YC/T 5 抽取烟叶作为实验室准备样品。

8.2 试样的制备

8.2.1 按 YC/T 31—1996 中 6.1 制备样品中称取试样 3 g,置于锥形瓶中,准确称量至 0.001 g。将试样放入锥形瓶中。加入 250 mL 甲醇并立即密封,在振动频率为 155 次/min 的机械振荡器上振动 30 min。

8.2.2 如果样品数量不足,可减少试样进行测定。试样至少为 0.5 g。在锥形瓶中加入至少 50 mL 的甲醇萃取。

8.2.3 在非常规状态下,对于测定叶片和烟梗样品里的水分,30 min 的萃取时间是不够的。在 500 mL 锥形瓶中加入 250 mL 甲醇,萃取时间至少 24 h,直至取得恒定的结果,即不同萃取时间的两次计算结果的相差不大于质量分数 0.3%。

### 8.3 试样含水量的测定

#### 8.3.1 滴定仪器的准备

根据使用要求准备滴定仪器。在反应瓶(6.1.4)中加入足量甲醇(5.2)以使双铂电极端部在搅拌时完全浸入。用卡尔费休试剂滴定滴定管的溶液至终点。

#### 8.3.2 空白试验

移取 250 mL 甲醇(5.2)于 500 mL 锥形瓶。用单刻度移液管(6.4)从锥形瓶中移取 20 mL 等份的甲醇至反应瓶。用卡尔费休试剂滴定终点并记录耗用试剂的体积。重复测定,如果两次测定的偏差不超过 0.05 mL,取两次滴定体积的算术平均值。

空白值  $B$  由式(2)计算:

$$B = \frac{V_b}{V_m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$V_b$ ——用于空白试验的卡尔费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

$V_m$ ——等份甲醇的体积,单位为毫升(mL)。

#### 8.3.3 测定

移取 10 mL 样品的甲醇萃取液,迅速加入反应瓶中并滴定。记录耗用试剂的体积。重复测定,计算水分。如果两次测定的相差不大于质量分数 0.3%,取两次测定结果的算术平均值。

## 9 结果表述

试样中烟草水分含量按式(3)进行计算:

$$W_t = \frac{[V_t - (B \times V_s)] \times E \times V}{m \times V_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$W_t$ ——试样中水分质量百分数;

$V_t$ ——滴定耗用的卡尔费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

$B$ ——空白值(见 8.3.2);

$V_s$ ——加入反应瓶中试样萃取液的体积,单位为毫升(mL);

$E$ ——卡尔费休试剂的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V$ ——制备试样萃取液的总体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——测试样的质量,单位为毫克(mg)。

结果的表示精确至 0.1%。

## 10 重现性和再现性

对本标准的水重现性( $r$ )和再现性( $R$ )进行国际合作研究。总共 15 个实验室参加了合作研究。两批不同水分含量的烟叶用于试验。每批包括五箱,在水重现性条件下对每箱烟叶进行测定。

卡尔费休方法的水重现性和再现性的测定按照 GB/T 6379<sup>1)</sup> 执行。

数据分析及评价见表 1。

表 1 数据分析及评价

水分平均值(对 15 个实验室)	重现性值 $r$	再现性值 $R$
13.52	0.37	0.87
16.36	0.46	1.33

表 1 中给出的值应认为是一个由 15 个实验室计算得出的上限值。

1) GB/T 6379 《测试方法的精密性 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性》。

## 11 试验报告

试验报告应说明使用方法及获得结果,也应注明在本标准中未作规定的操作条件,或认为是可选择的,以及影响到结果的各种情况。试验报告应包括对完成样品鉴定的所有详细要求。

## 附 录 A

(资料性附录)

## 本标准与 ISO 6488-1:1997 的对照

表 A.1 给出了本标准与 ISO 6488-1:1997 的技术性差异及其原因的一览表。

表 A.1 本标准与 ISO 6488-1:1997 的技术性差异及其原因

本标准的章节编号	技术性差异	原 因
1	增加了“常规分析用”未加香烟草的测定。	国际标准对样品状态未作规定。
2	引用了采用国际标准的行业标准,同时引用 YC/T 31—1996 进行常规样品制备;由于 ISO 648:1977《实验室玻璃仪器——单刻度移液管》和 ISO 3696:1987《分析实验室用水——定义和测试方法》为化学检测通用方法,因此不再作为本标准的规范性引用文件。	为适合我国国情,便于取样操作,本标准按 YC/T 31—1996 中 6.1 进行常规样品制备。
7.1	本标准标定卡尔费休试剂中水的质量由 ISO 6488-1:1997 规定的 50 $\mu\text{L}$ 改为 20 $\mu\text{L}$ 。	减少操作误差,以满足滴定管刻度的需要。
8.2.1	测定的样品量由 ISO 6488-1:1997 规定的 5 g 改为 3 g。	减少操作误差,以满足滴定管刻度的需要。