



中华人民共和国国家标准

GB/T 21134—2007

烟草及烟草制品 不溶于盐酸的硅酸盐 残留物的测定

Tobacco and tobacco products—Determination of silicated residues insoluble in
hydrochloric acid

(ISO 2817:1999, MOD)

2007-10-16 发布

2008-01-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准修改采用 ISO 2817:1999《烟草及烟草制品 不溶于盐酸的硅酸盐残留物的测定》(英文版)。

本标准根据 ISO 2817:1999 重新起草。

考虑到我国国情,与 ISO 2817:1999 相比,本标准存在少量技术性差异。这些技术性差异已编入正文并在它们所涉及条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 B 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,与 ISO 2817:1999 相比,本标准做了下列编辑性修改:

- 删除了 ISO 2817:1999 的前言;
- 删除了 ISO 2817:1999 的参考文献;
- 增加了附录 B“本标准与 ISO 2817:1999 的对照”。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

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(TC 144)归口。

本标准起草单位:中国烟草标准化研究中心、徐州卷烟厂、郑州烟草研究院。

本标准主要起草人:李栋、宣晓泉、吴洋、丁超、谢复炜。

烟草及烟草制品 不溶于盐酸的硅酸盐 残留物的测定

1 范围

本标准规定了烟草(叶片、烟丝、碎烟叶和烟末)及烟草制品中不溶于盐酸的外来硅酸盐颗粒(特别是沙粒)含量的测定方法。

本标准适用于烟草及烟草制品中不溶于盐酸的硅酸盐颗粒含量的测定。

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 6005 试验筛 金属丝编制网、穿孔板和电成型薄板筛孔的基本尺寸(GB/T 6005—1997, eqv ISO 565:1997)

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

YC/T 165 烟草 水分的测定 第1部分:卡尔费休法(YC/T 165—2003, ISO 6488-1:1997, MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

不溶于盐酸的硅酸盐残留物 hydrochloric-acid-insoluble silicated residues

在本标准规定的条件下,对叶片、烟丝、碎烟叶或烟末进行灰化和盐酸浸提后所残留的物质。

4 原理

在 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 的温度下灰化试样。灰烬使用盐酸浸提后,在 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 温度下再次灰化。对残留物进行称量。

5 试剂

使用分析纯试剂。水应为蒸馏水或去离子水,或同等纯度的水。

盐酸 $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/L}$

6 仪器

常用实验室仪器以及下述各项:

6.1 马弗炉,放置于通风良好的环境中,温度能控制在 $350^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 和 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 。

6.2 广口平底坩埚,瓷制或铂制,容量和尺寸适合于试样的体积。通常,坩埚直径为 50 mm~70 mm,高度为 30 mm 较适宜。

6.3 筛网,孔径 2 mm(10 目),符合 GB/T 6005 的要求。

6.4 定量滤纸(快速),无灰,硬质。

6.5 分析天平,感量 0.1 mg。

6.6 粉碎机。

7 取样

依据 GB/T 19616 进行取样。实验室样品的大小应能确保其代表该批样品。

8 样品的制备

如需要,将样品干燥以易于研磨。样品水分质量百分含量应不大于 12%。

研磨实验室样品直到全部样品通过筛网(6.3)。

采用机械方式充分混合研磨后的样品。

如样品在制备后四天内不用于分析,则应在 0℃~5℃ 温度条件下,存放于密封的广口瓶中。广口瓶的容积应可确保在分析前通过两次翻转而充分混合样品。

9 水分的测定

从第 8 章制备的样品中取出一部分,按照 YC/T 165 进行水分的测定,结果以质量百分含量 w_1 表示。

未使用卡尔·费休法的实验室,应采用 YC/T 31 测定水分,但应在测试报告中予以说明。

10 步骤

10.1 试样

对预先在 650℃±50℃ 温度下干燥后的洁净坩埚(6.2)进行称量,精确至 0.001 g。

从广口瓶中移取约 10 g 制备好的样品(见第 8 章),均匀铺在坩埚底部。

称量坩埚和试样,精确至 0.001 g。

通过差量法计算得出试样的质量(m_1)。

10.2 测定

将盛有试样的坩埚(10.1)放置至马弗炉(6.1)中,加热至 350℃±50℃,直到试样完全炭化,不再有烟产生。

将马弗炉温度升至 650℃±50℃,保持 30 min。然后,将马弗炉温度降至 350℃±50℃,取出坩埚。冷却至室温后,沿坩埚壁缓慢加入 40 mL 盐酸(5.1)。

注意:加入最初的几毫升盐酸时应小心,以免剧烈产生气泡。

用玻璃棒不断轻轻搅拌约 10 min 后,使用滤纸(6.4)进行过滤,收集滤纸上的残留物。用带橡皮头的玻璃棒去除残附在坩埚壁上的残留物,用约 25 mL 水清洗坩埚,并过滤。使用约 25 mL 水,分多次仔细淋洗滤纸上的残留物,直到洗至中性。

将含有残留物的滤纸放置于坩埚(6.2)中,并转移至马弗炉(6.1)中,此时温度应在 200℃ 以下。加热至 650℃±50℃,保持 30 min,然后降至 350℃±50℃,取出坩埚,放入硅胶干燥器中,冷却至室温。称量坩埚和残留物,精确至 0.001 g。

计算残留物的质量(m_2)。

11 结果表示

不溶于盐酸的硅酸盐残留物的质量分数 w ,可由式(1)计算得出:

$$w = \frac{m_2}{m_1(1-w_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

w_1 ——试样水分质量分数，可根据第 9 章测定得出；

m_1 ——试样的质量，单位为克(g)；

m_2 ——残留物的质量，单位为克(g)。

12 精密度

12.1 实验室间试验

本方法精密度的实验室间试验的具体内容参见附录 A。本次实验室间试验得出的数据可能不适用于所列浓度范围和数值之外的情况。

12.2 重复性(r)

在较短的时间间隔内，由同一操作人员，在同一实验室，使用相同仪器，采用同样方法对相同的样品进行测试，两次测试结果的绝对差值大于下列含量水平所对应数值的概率不应超过 5%。

含量水平 0%： $r=0.12$

含量水平 5%： $r=0.35$

含量水平 10%： $r=0.47$

12.3 重现性(R)

由不同的操作人员，在不同的实验室中，使用不同的仪器，采用同样方法对相同的样品进行测试，两次测试结果的绝对差值大于下列含量水平所对应数值的概率不应超过 5%。

含量水平 0%： $R=0.12$

含量水平 5%： $R=0.83$

含量水平 10%： $R=1.73$

13 测试报告

测试报告应说明：

——完全识别样品需要的所有信息；

——取样方法；

——水分的测试方法；

——参照本标准所使用的测试方法；

——非本标准所规定的(特别是灰化温度，如果不是 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$)或可选择性的操作条件，以及可能对结果产生影响的其他情况；

——测试结果；

——如果进行了重复性测定，应给出最终结果。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间试验

国际标准化组织烟草和烟草制品技术委员会物理和测试分技术委员会 ISO/TC 126/SC 1 于 1996 年组织了一项包括 12 个实验室、4 个样品、5 次重复试验的国际共同合作研究。试验结果按照 ISO 5725-2[1]进行统计分析,在表 A.1 中列出了精密度数据。

表 A.1 实验室间试验的统计结果
(灰化温度为 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$)

项 目	在样品中加入的二氧化硅含量		
	0%	5%	10%
剔除离群值后参加的实验室数目/个	7	9	10
硅酸盐残留量平均值(以干物质计)/%	0.51	5.56	10.33
重复性标准差 s_r	0.04	0.12	0.17
重复性变异系数/%	8.21	2.22	1.61
重复性限 $r(2.8s_r)$	0.12	0.35	0.47
再现性标准差 s_R	0.04	0.29	0.61
再现性变异系数/%	8.21	5.30	5.92
再现性限 $R(2.8s_R)$	0.12	0.83	1.73
注:以上结果是在本标准规定的灰化温度 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 条件下试验得到的。但是,比较实验室间试验表明在灰化温度 $850^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 条件下得到的结果在 95% 概率水平时未显示统计差异。			

附 录 B

(资料性附录)

本标准与 ISO 2817:1999 的对照

表 B.1 给出了本标准与 ISO 2817:1999 的技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 2817:1999 的技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技术性差异	原 因
1	删除了国际标准中该部分的“在……情况下特别有用”，增加了标准的适用范围。	简化并明确了本标准的适用范围。
2	增加引用了规范性文件： YC/T 31《烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法》。	引用我国烟草行业常使用的测试水分的方法 YC/T 31，适合我国国情，便于对标准的执行和推广。
3	增加了水分的测试方法“烘箱法”。	结合我国国情，便于标准的执行和推广。
4	报告内容中增加了水分的测试方法。	水分的测试在国际标准规定的“卡尔·费休法”的基础上增加了“烘箱法”，应在报告中说明所采用方法。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
烟草及烟草制品 不溶于盐酸的硅酸盐
残留物的测定
GB/T 21134—2007

*

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

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 11 千字
2007 年 12 月第一版 2007 年 12 月第一次印刷

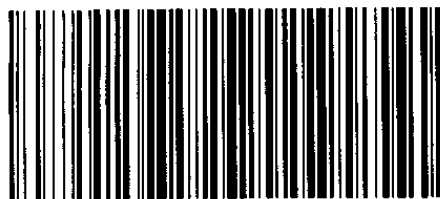
*

书号: 155066 · 1-30282 定价 14.00 元

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



GB/T 21134-2007