



中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 248—2008

烟草及烟草制品 无机阴离子的测定 离子色谱法

Tobacco and tobacco products—Determination of inorganic anion—
Ion chromatographic method

2008-04-14 发布

2008-04-14 实施



国家烟草专卖局 发布

前 言

本标准的附录 A 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：国家烟草质量监督检验中心、湖南中烟工业有限责任公司、广东中烟工业有限责任公司、上海烟草(集团)公司。

本标准主要起草人：唐纲岭、吴名剑、虞苏行、胡清源、胡静、韩星、孙文梁、沈光林。

烟草及烟草制品 无机阴离子的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了烟草及烟草制品中 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 四种无机阴离子的离子色谱测定方法。本标准适用于烟草及烟草制品中 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 四种无机阴离子的测定。

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 5606.1 卷烟 第1部分：抽样

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—1992，neq ISO 3696:1987）

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

3 原理

用水超声萃取试样中 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 四种阴离子，萃取液通过阴离子交换分离后，进行电导检测定量分析。

4 试剂与材料

4.1 试剂

4.1.1 Cl^- 标准溶液，1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.1.2 NO_3^- 标准溶液，1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.1.3 SO_4^{2-} 标准溶液，1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.1.4 PO_4^{3-} 标准溶液，1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.1.5 氢氧化钠溶液，50%（质量分数）。

4.2 试剂配制

4.2.1 流动相配制

流动相 A：60 mmol/L 氢氧化钠溶液。

流动相 B：水。

4.2.2 单一标准储备液

配制各单一标准储备液，浓度均为 100 $\mu\text{g/mL}$ ，贮存于 0℃～4℃ 条件下，可保存 4 周。

4.2.3 混合工作标准溶液

按照表 1 配制混合工作标准溶液，并应即配即用。表 1 中的 1[#]～4[#] 混合工作标准溶液由单一标准储备液（4.2.2）混合后稀释配制；5[#]～6[#] 混合工作标准溶液由 Cl^- 标准溶液（4.1.1）、 NO_3^- 标准溶液（4.1.2）、 SO_4^{2-} 标准溶液（4.1.3）、 PO_4^{3-} 标准溶液（4.1.4）混合后稀释配制。

表 1 混合工作标准溶液

单位为微克每毫升

混合工作标准溶液	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	5 [#]	6 [#]
Cl ⁻	0.50	2.00	5.00	10.00	25.00	50.00
NO ₃ ⁻	0.50	3.00	8.00	16.00	40.00	80.00
SO ₄ ²⁻	0.80	3.20	8.00	16.00	40.00	80.00
PO ₄ ³⁻	0.50	2.00	5.00	10.00	25.00	50.00

4.3 试剂要求

除特别要求外,均应使用分析纯试剂。水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

5 仪器

5.1 分析天平,精确至 0.1 mg。

5.2 超声仪。

5.3 离子色谱仪,配电导检测器和二元梯度泵。

5.4 色谱分析柱、保护柱及抑制器,AS11-HC(2 mm i. d. ×250 mm)阴离子分析柱或其他能取得同等分离效果的分析柱;AG11-HC(2 mm i. d. ×50 mm)保护柱;自动再生电导抑制器:ASRS-ULTRA-II(2 mm)。

6 取样及试样制备

6.1 卷烟按照 GB/T 5606.1 抽取实验室样品;烟叶按照 GB/T 19616 抽取实验室样品。

6.2 按照 YC/T 31 制备试样并测定水分含量。

7 分析步骤

7.1 萃取

称取 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 磨口三角瓶中,准确加入 50 mL 水,具塞后超声萃取 40 min。过滤萃取液,弃去前几毫升,收集后续滤液。

7.2 测定

移取 10.0 mL 滤液(7.1)于 50 mL 容量瓶中,用水稀释定容至刻度,经 0.45 μm 滤膜过滤后进行离子色谱分析。

注:若待测试样溶液的浓度超出标准工作曲线的浓度范围,则应改变萃取液的稀释倍数后重新测定。

7.3 仪器条件

- 柱温:30℃;
- 流速:0.25 mL/min;
- 进样量:25 μL;
- 检测器模式:抑制型电导检测模式;
- 抑制电流:90 mA;
- 淋洗液梯度洗脱程序:见表 2。

表 2 淋洗液梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.0	25.0	75.0
7.0	25.0	75.0
7.1	55.0	45.0
22.0	55.0	45.0
22.1	25.0	75.0
25.0	25.0	75.0

7.4 标准工作曲线的制作

用混合工作标准溶液(4.2.3)制作标准工作曲线。由保留时间定性,根据混合工作标准溶液的浓度及各阴离子组分响应峰面积采用外标法定量。

7.5 试样测定

按照仪器测试条件测定试样溶液(7.2),每个试样重复测定两次。同时做一组空白试验以验证溶剂对测定的干扰。

标准溶液和试样萃取液色谱图参见附录 A。

8 结果的计算与表述

试样中 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 四种无机阴离子的含量 w 以质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{c \times V \times k}{m \times (1 - w_1) \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——萃取液中 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 四种阴离子的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——萃取液体积,单位为毫升(mL);

k ——稀释倍数;

m ——试样的质量,单位为克(g);

w_1 ——试样水分的质量分数,%。

结果以两次平行测定结果的平均值表示,保留三位有效数字。

9 精密度

如测得的阴离子含量大于或等于 0.1%,两次平行测定结果的相对平均偏差不应大于 5.0%;如测得的阴离子含量小于 0.1%,两次平行测定结果的绝对偏差不应大于 0.010%。

10 回收率和检出限

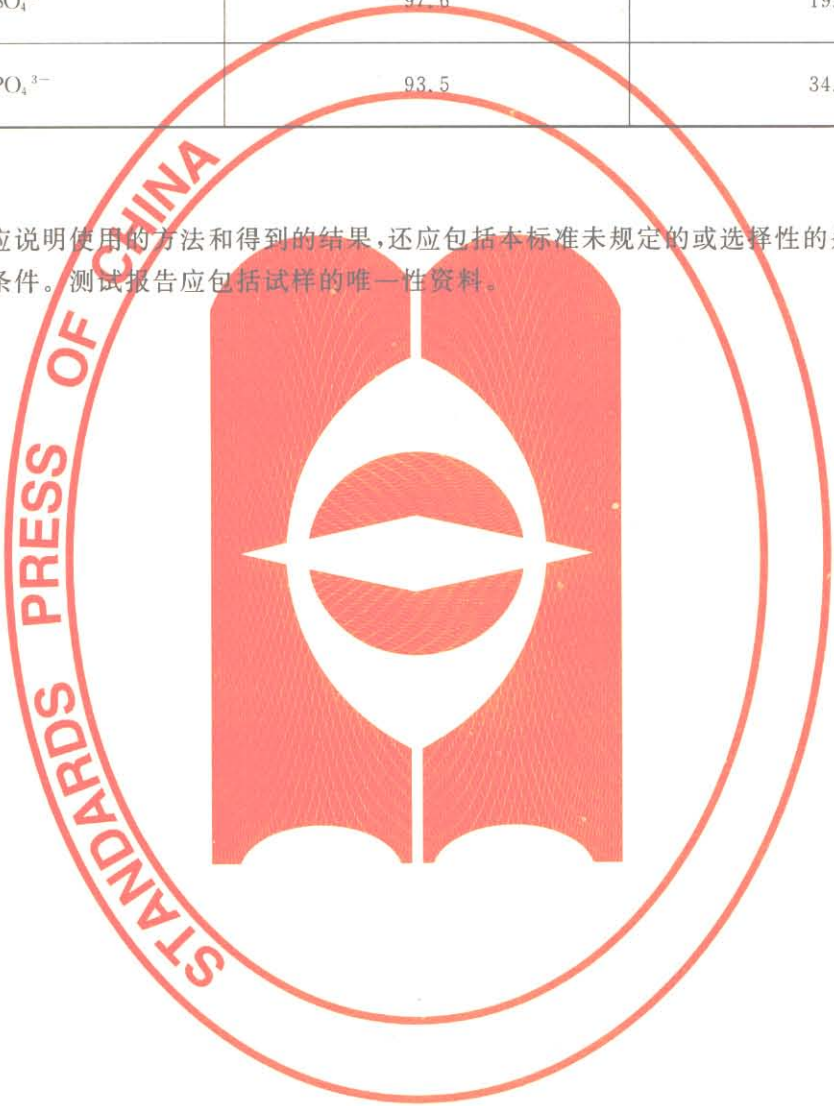
本方法的回收率和检出限结果见表 3。

表 3 方法的回收率和检出限结果

无机阴离子	回收率/%	检出限/(μg/L)
Cl ⁻	96.1	20.3
NO ₃ ⁻	98.4	15.4
SO ₄ ²⁻	97.6	19.4
PO ₄ ³⁻	93.5	34.1

11 测试报告

测试报告应说明使用的方法和得到的结果,还应包括本标准未规定的或选择性的条件,以及可能影响结果的其他条件。测试报告应包括试样的唯一性资料。



附录 A
(资料性附录)
色谱图示例

按照本标准所规定的方法,对标准溶液和试样萃取液进行色谱分析,色谱图如图 A.1 和图 A.2 所示。

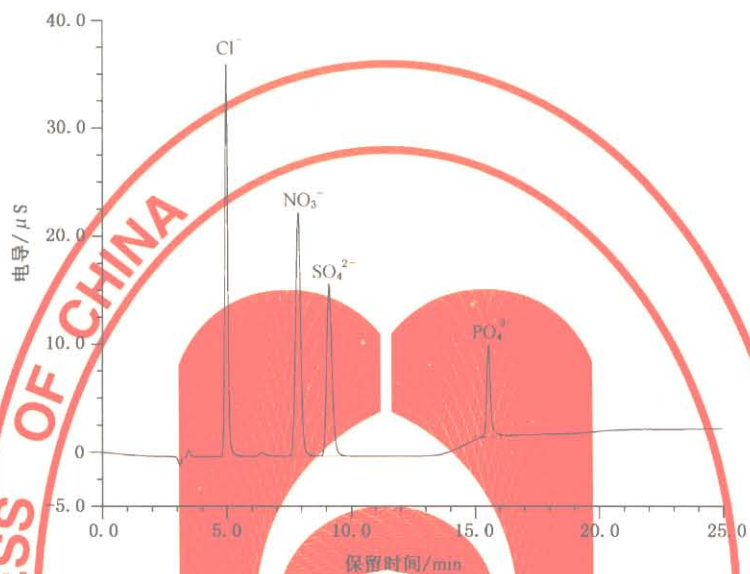


图 A.1 标准溶液色谱示例图

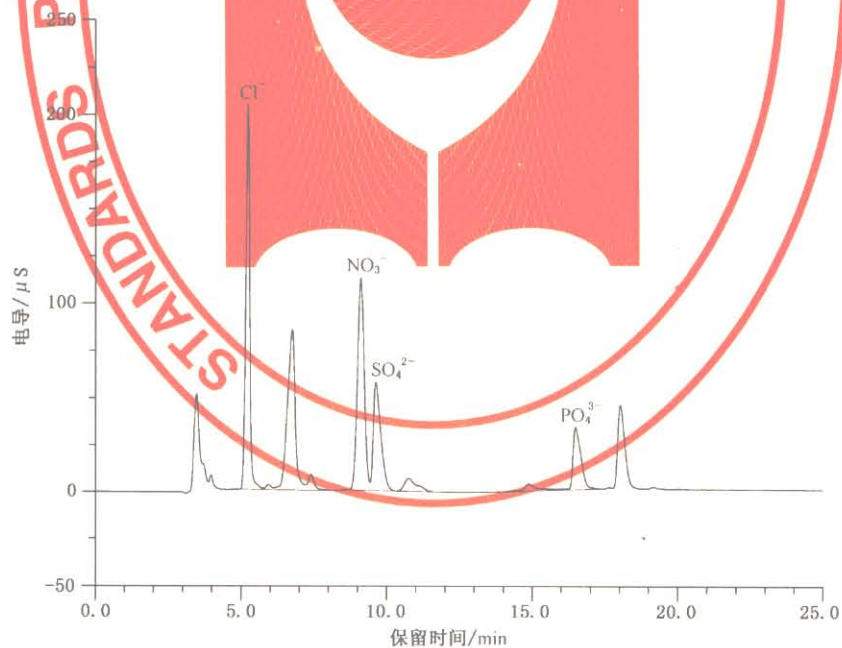


图 A.2 试样萃取液色谱示例图

中华人民共和国烟草
行 业 标 准
烟草及烟草制品 无机阴离子的测定
离子色谱法
YC/T 248—2008

*

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

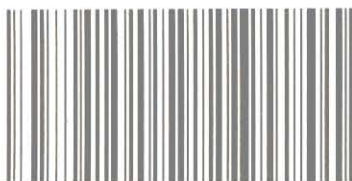
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 9 千字
2008 年 5 月第一版 2008 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 2-18746 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



YC/T 248-2008