



中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 275—2008

卷烟纸中柠檬酸根离子、磷酸根离子和 醋酸根离子的测定 离子色谱法

Determination of citrate, phosphate and acetate in cigarette paper—
Ion chromatography method

2008-12-23 发布

2009-01-01 实施

国家烟草专卖局 发布

前 言

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：中国烟草总公司郑州烟草研究院、上海烟草(集团)公司、湖北中烟工业有限责任公司。

本标准主要起草人：王昇、赵晓东、沈佚、叶明樵、程占刚、赵乐、刘克建、赵阁、王冰、谢复炜。

卷烟纸中柠檬酸根离子、磷酸根离子和 醋酸根离子的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了卷烟纸中柠檬酸根离子、磷酸根离子和醋酸根离子的测定方法——离子色谱法。

本标准适用于卷烟纸中柠檬酸根离子、磷酸根离子和醋酸根离子的测定。

本标准柠檬酸根离子检出限为 0.032 mg/g, 定量限为 0.105 mg/g; 磷酸根离子检出限为 0.046 mg/g, 定量限为 0.153 mg/g; 醋酸根离子检出限为 0.025 mg/g, 定量限为 0.084 mg/g。

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 462 纸、纸板和纸浆 分析试样水分的测定(GB/T 462—2008; ISO 287:1985, MOD; ISO 638:1978, MOD)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 12655 卷烟纸

3 原理

用去离子水超声提取卷烟纸中的柠檬酸根离子、磷酸根离子和醋酸根离子,然后经离子过滤,通过离子色谱分离柠檬酸根离子、磷酸根离子和醋酸根离子,采用电导检测器检测。

4 试剂

除特别要求以外,均应使用分析纯级试剂。

4.1 去离子水,应符合 GB/T 6682 中的规定, $R > 18 \text{ M}\Omega$ 。

4.2 二水合柠檬酸钠、十二水合磷酸钠和无水醋酸钠,纯度均应大于 97%。

4.3 氢氧化钠,纯度大于 99%。

4.4 标准储备液:在 100 mL 烧杯中分别称量二水合柠檬酸钠、十二水合磷酸钠和无水醋酸钠(4.2) 0.3112 g、0.8000 g 和 0.1390 g,准确至 0.0001 g,加入约 30 mL 去离子水(4.1)完全溶解后,全部转移至 100 mL 的容量瓶中。再用去离子水(4.1)洗涤烧杯,全部转移至 100 mL 的容量瓶中,定容至刻度,该标准储备液柠檬酸根、磷酸根和醋酸根的浓度分别为 2000 $\mu\text{g/mL}$ 、2000 $\mu\text{g/mL}$ 和 1000 $\mu\text{g/mL}$,置于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中冷藏保存,可存放四周。

4.5 一级标准溶液:移取 10 mL 标准储备液(4.4)至 100 mL 容量瓶中,用去离子水(4.1)定容至刻度。该一级标准溶液应在使用前配制。

4.6 柠檬酸盐、磷酸盐和醋酸盐校准溶液:分别准确移取 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、20 mL 一级标准溶液(4.5)至 50 mL 容量瓶中,用去离子水(4.1)定容至刻度。此五个校准溶液为系列校准溶液。该系列校准溶液应在使用前配制。

5 仪器及条件

常用实验仪器以及下述各项。

- 5.1 分析天平,精确至 0.000 1 g。
- 5.2 离子色谱仪,配有柱温箱、电导检测器,具有梯度淋洗功能。
推荐色谱柱:IonPac AS15 4×250 mm(分析柱);IonPac AG15 4×50 mm(保护柱)。
- 5.3 水相滤膜,0.45 μm。
- 5.4 超声波振荡器。
- 5.5 高速离心机。
- 5.6 烘箱,控温精度±1 ℃。
- 5.7 移液管。
- 5.8 容量瓶。

6 抽样

抽取符合 GB/T 12655 的卷烟纸试样,每种卷烟纸取样不少于 50 g。抽取样品时,注意均匀取样,同时戴手套,防止汗渍等污染样品。

7 分析步骤

7.1 样品水分测定

按 GB/T 462 测定试样水分含量。

7.2 样品萃取

截取适当长度的卷烟纸,剪碎。准确称量 0.5 g 的卷烟纸(精确至 0.1 mg)至 100 mL 的锥形瓶中,用移液管准确加入 40 mL 去离子水(4.1),超声萃取 30 min(温度不超过 40 ℃)。取适量溶液离心后,过 0.45 μm 滤膜,进离子色谱仪分析。

注:若待测试样溶液的浓度超出标准工作曲线的浓度范围,则稀释萃取液后重新测定。

7.3 离子色谱仪

按照仪器说明书操作离子色谱仪。以下分析条件可供参考,采用其他条件应验证其适用性。
色谱柱:IonPac AS15 4×250 mm 4 mm(分析柱);IonPac AG15 4×50 mm 4 mm(保护柱)。
淋洗液来源:EG50 淋洗液发生器或配制的氢氧化钠水溶液。
淋洗液梯度表,见表 1。

表 1 淋洗液梯度表

时间/min	OH ⁻ /(mmol/L)
0.0	0
2.0	2
35.0	2
65.0	50
75.0	50
80.0	0
85.0	0

抑制器:ASRS 300 4 mm。
柱温:30 ℃。
柱流量:1.2 mL/min。
进样体积:25 μL。
典型卷烟纸样品色谱图参见附录 A 中的图 A.2。

7.4 测定

用离子色谱仪(7.3)测定一系列校准溶液(4.6),得到柠檬酸根、磷酸根和醋酸根的积分峰面积,用峰面积作为纵坐标,柠檬酸根、磷酸根和醋酸根浓度作为横坐标分别建立校正曲线。对校正数据进行线性回归, $R^2 \geq 0.99$ 。测定卷烟纸样品,由样品中柠檬酸根、磷酸根和醋酸根的峰面积计算每一个卷烟纸样品中柠檬酸根、磷酸根和醋酸根的浓度。

8 结果计算

卷烟纸样品中柠檬酸根、磷酸根和醋酸根的含量,按照式(1)计算得出:

$$P = \frac{c \times 40}{m \times (1 - w)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

P ——卷烟纸样品中柠檬酸根、磷酸根和醋酸根的含量,单位为毫克每克(mg/g);

c ——萃取样品中柠檬酸根、磷酸根和醋酸根的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

40——萃取溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——卷烟纸样品的质量,单位为克(g);

w ——试样的水分含量,%。

每个样品应平行测定两次。以两次测定的平均值作为测定结果,结果精确至0.01mg/g。平行测定的相对偏差应小于10%。

9 精密度、回收率和检出限

本方法的精密度、回收率和检出限试验研究结果参见附录B。

10 测试报告

测试报告应注明引用本标准。

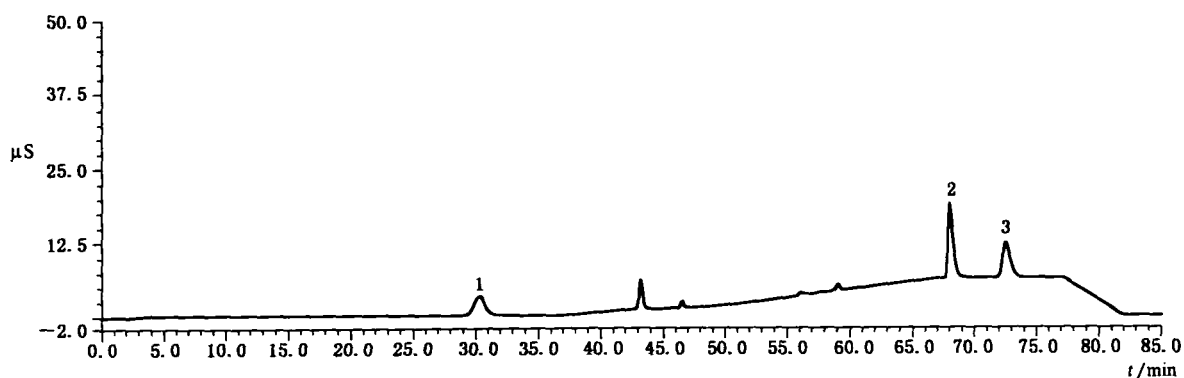
测试报告应包含采用的方法和得到的结果,应分别列出柠檬酸根离子、磷酸根离子和醋酸根离子的含量(mg/g)。

测试报告应包含样品信息。

测试报告应包含实验人员和实验日期。

附录 A
(资料性附录)
色谱图

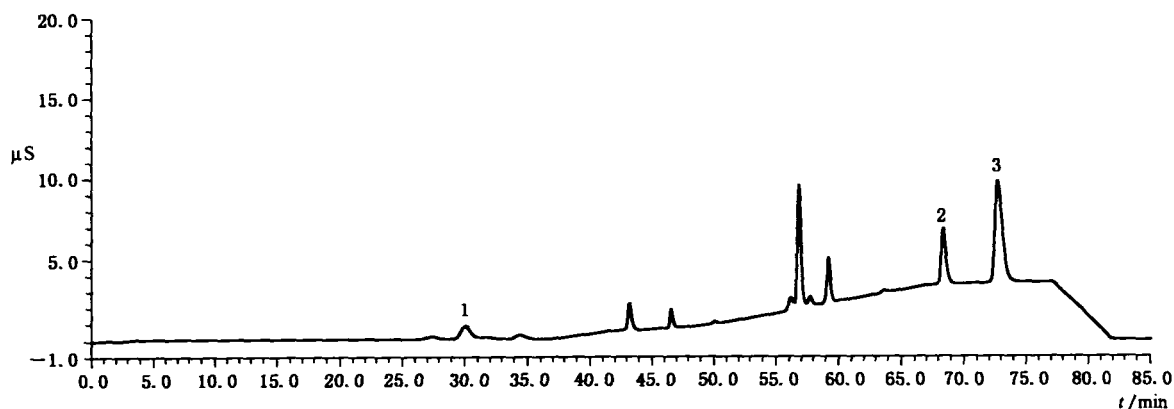
A.1 柠檬酸根离子、磷酸根离子和醋酸根离子标样的离子色谱图,见图 A.1。



- 1——醋酸根;
2——磷酸根;
3——柠檬酸根。

图 A.1 柠檬酸根离子、磷酸根离子和醋酸根离子标样的离子色谱图

A.2 典型卷烟纸中柠檬酸根离子、磷酸根离子和醋酸根离子的离子色谱图,见图 A.2。



- 1——醋酸根;
2——磷酸根;
3——柠檬酸根。

图 A.2 典型卷烟纸中柠檬酸根离子、磷酸根离子和醋酸根离子的离子色谱图

附 录 B
(资料性附录)
方法的精密度、回收率

方法的精密度、回收率试验研究结果,见表 B.1。

表 B.1 方法的精密度、回收率试验研究结果($n=6$)

化合物	低浓度		中浓度		高浓度		变异系数/ %
	加入量/ (mg/g)	回收率/ %	加入量/ (mg/g)	回收率/ %	加入量/ (mg/g)	回收率/ %	
醋酸根	0.80	100.8	1.60	98.3	3.20	100.7	4.19
磷酸根	0.80	92.4	1.60	102.0	3.20	99.9	2.42
柠檬酸根	0.80	95.4	1.60	101.1	3.20	96.6	5.61

中 华 人 民 共 和 国 烟 草
行 业 标 准
卷 烟 纸 中 柠 檬 酸 根 离 子、磷 酸 根 离 子 和
醋 酸 根 离 子 的 测 定 离 子 色 谱 法
YC/T 275—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

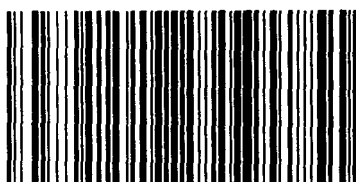
*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 10 千 字
2009 年 3 月 第 一 版 2009 年 3 月 第 一 次 印 刷

*

书 号：155066 · 2-19535 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 275-2008