



中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 251—2008

烟草及烟草制品 葡萄糖、果糖、 蔗糖的测定 离子色谱法

Tobacco and tobacco products—Determination of glucose,
fructose and sucrose—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：广东中烟工业公司、中国科学院生态环境研究中心、上海烟草(集团)公司、湖南中烟工业公司。

本标准主要起草人：沈光林、胡静、牟世芬、孔浩辉、孙文梁、吴名剑、施文庄、张优茂、史亚利。

烟草及烟草制品 葡萄糖、果糖、蔗糖的测定

离子色谱法

1 范围

本标准规定了烟草及烟草制品中葡萄糖、果糖、蔗糖的离子色谱测定方法。

本标准适用于烟草及烟草制品中葡萄糖、果糖、蔗糖的测定。

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

用水提取样品中的葡萄糖、果糖、蔗糖,通过阴离子交换分离后,进行电化学检测分析。

4 试剂

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

4.2 氢氧化钠溶液,50%(质量分数)。

4.3 苯甲酸溶液,0.1%(质量分数)。

4.4 流动相:

——流动相 A:水;

——流动相 B:氢氧化钠溶液,50 mmol/L。移取 2.6 mL 50%氢氧化钠溶液(4.2)至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释定容至刻度;

——流动相 C:氢氧化钠溶液,250 mmol/L。移取 13.0 mL 50%氢氧化钠溶液(4.2)至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释定容至刻度;

——流动相 D:乙酸钠溶液,1 mol/L。称取 41.02 g 乙酸钠,用水溶解,然后转入 500 mL 容量瓶中,用水稀释定容至刻度。

4.5 单一标准储备液:分别称取 0.1 g 葡萄糖、果糖、蔗糖,精确至 0.000 1 g,用 0.1%苯甲酸溶液(4.3)溶解,然后分别转入 100 mL 容量瓶中,用 0.1%苯甲酸溶液(4.3)定容至刻度,配制成浓度约为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的单一标准储备液。贮存于 4℃条件下,应在 1 个月内使用。

4.6 混合标准储备液:分别移取 10.0 mL 葡萄糖、果糖、蔗糖单一标准储备液(4.5)于 1 个 100 mL 容量瓶中,用 0.1%苯甲酸溶液(4.3)稀释定容至刻度,配制成浓度约为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的葡萄糖、果糖、蔗糖混合标准储备液。

4.7 混合系列工作标准液:分别移取一定体积的混合标准储备液(4.6)于 50 mL 容量瓶中,用 0.1%苯

甲酸溶液(4.3)稀释定容至刻度,配制浓度分别约为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 的葡萄糖、果糖、蔗糖混合系列工作标准液。

5 仪器设备

5.1 分析天平,精确至 0.1 mg。

5.2 振荡器。

5.3 离子色谱仪,配置四元梯度泵和电化学检测器。

5.4 色谱柱:糖离子交换柱(CarboPac PA-20 或其他等效柱);分析柱:3 mm \times 150 mm;保护柱:3 mm \times 30 mm。

6 抽样及样品制备

6.1 按照 GB/T 5606.1 和 GB/T 19616 抽取实验室样品。

6.2 按照 YC/T 31 制备样品,并测定样品水分含量。

7 分析步骤

7.1 样品萃取

准确称取 0.5 g 样品,精确至 0.000 1 g,于 250 mL 磨口三角瓶中,加入 50.0 mL 水,盖上塞子,置于振荡器(5.2)上,振荡萃取 60 min。

7.2 样品过滤

用定性滤纸过滤萃取液(7.1),弃去前几毫升滤液,收集后续滤液做分析之用。

7.3 样品稀释

移取 1.0 mL 滤液(7.2)于 100 mL 容量瓶中,用 0.1% 苯甲酸溶液(4.3)稀释定容至刻度,溶液经 0.45 μm 滤膜过滤后进行离子色谱分析。如样品溶液中葡萄糖、果糖、蔗糖浓度超出标准工作曲线的浓度范围,则应稀释后重新测定。

7.4 仪器工作条件

——柱温:30℃;

——流速:0.30 mL/min;

——进样量:10 μL ;

——检测器:电化学检测器,脉冲安培检测模式;

——淋洗液梯度洗脱程序见表 1;

——检测器检测电位波形见表 2。

表 1 淋洗液梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%	流动相 C/%	流动相 D/%	备 注
—45.000	36	0	24	40	
—39.001	36	0	24	40	
—39.000	20	0	80	0	
—19.001	20	0	80	0	
—19.000	90	10	0	0	
0.000	90	10	0	0	开始进样采集数据
35.000	90	10	0	0	停止数据采集

表 2 检测器检测电位波形

时间/s	电位(Ag/AgCl)/V	积分状态
0.00	0.10	
0.20	0.10	开始
0.40	0.10	停止
0.41	-2.00	
0.42	-2.00	
0.43	0.60	
0.44	-0.10	
0.50	-0.10	

7.5 标准工作曲线的制作

用葡萄糖、果糖、蔗糖混合系列工作标准液(4.7)制备标准工作曲线。由保留时间进行定性,根据混合系列工作标准液的浓度及各糖类组分响应峰面积,外标法定量。混合系列工作标准液分析色谱图参见附录 A 中图 A.1。

7.6 样品测定

按照仪器测试条件测定样品溶液(7.3),每个样品平行测定两次。样品溶液分析色谱图参见附录 A 中图 A.2。

8 结果的计算与表述

8.1 结果的计算

样品中葡萄糖、果糖、蔗糖的含量以质量分数 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

- c ——样品溶液中葡萄糖、果糖、蔗糖的测定浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——萃取液的体积,单位为升(L);
- m ——样品的质量,单位为毫克(mg);
- k ——稀释倍数;
- w_1 ——样品水分的质量分数,%。

8.2 结果的表述

两次平行测定结果的相对平均偏差不应大于 5.0%。以两次平行测定值的算术平均值作为测定结果,结果精确至 0.01%。

9 精密度和准确度

9.1 重复性和再现性

方法的重复性和再现性测试结果如表 3 所示。

表 3 方法的重复性和再现性测试结果

组分	重复性		再现性	
	平均值/%	变异系数/%	平均值/%	变异系数/%
葡萄糖	7.85	3.1	7.74	3.8
果糖	2.74	2.0	2.67	2.2
蔗糖	1.83	4.2	1.90	4.5

9.2 回收率

方法回收率试验结果如表 4 所示。

表 4 回收率试验结果

组分	原含量/%	加入标样量/mg	回收率/%	变异系数/%
葡萄糖	7.85	20	98.6	3.6
果糖	2.74	10	103.2	2.5
蔗糖	1.83	5.0	95.7	4.6

10 检出限

方法检出限如表 5 所示。

表 5 方法检出限

组分	检出限/(μg/g)
葡萄糖	22.0
果糖	51.0
蔗糖	35.0

11 检验报告

检验报告应包括以下内容：

- 样品的唯一性资料；
- 参照本标准所使用的试验方法；
- 检测结果,包括各单次测定结果及其平均值；
- 与本标准规定的分析步骤的差异；
- 在检测中观察到的异常现象；
- 检测日期；
- 检测人员。

附录 A
(资料性附录)
色谱图示例及色谱柱的维护

A.1 混合系列工作标准液分析色谱图示例见图 A.1。

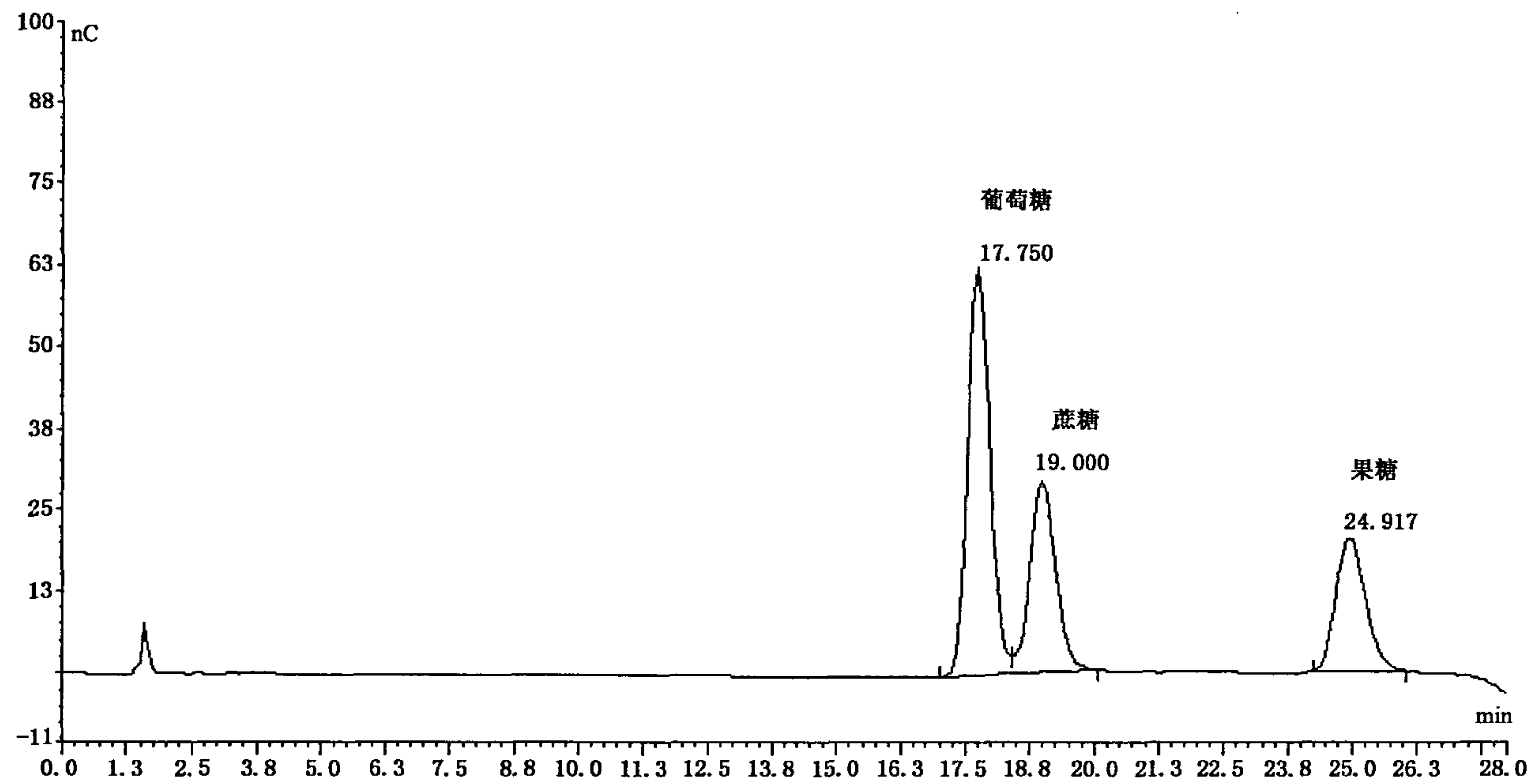


图 A.1 混合系列工作标准液分析典型色谱图

A.2 样品溶液分析色谱图示例见图 A.2。

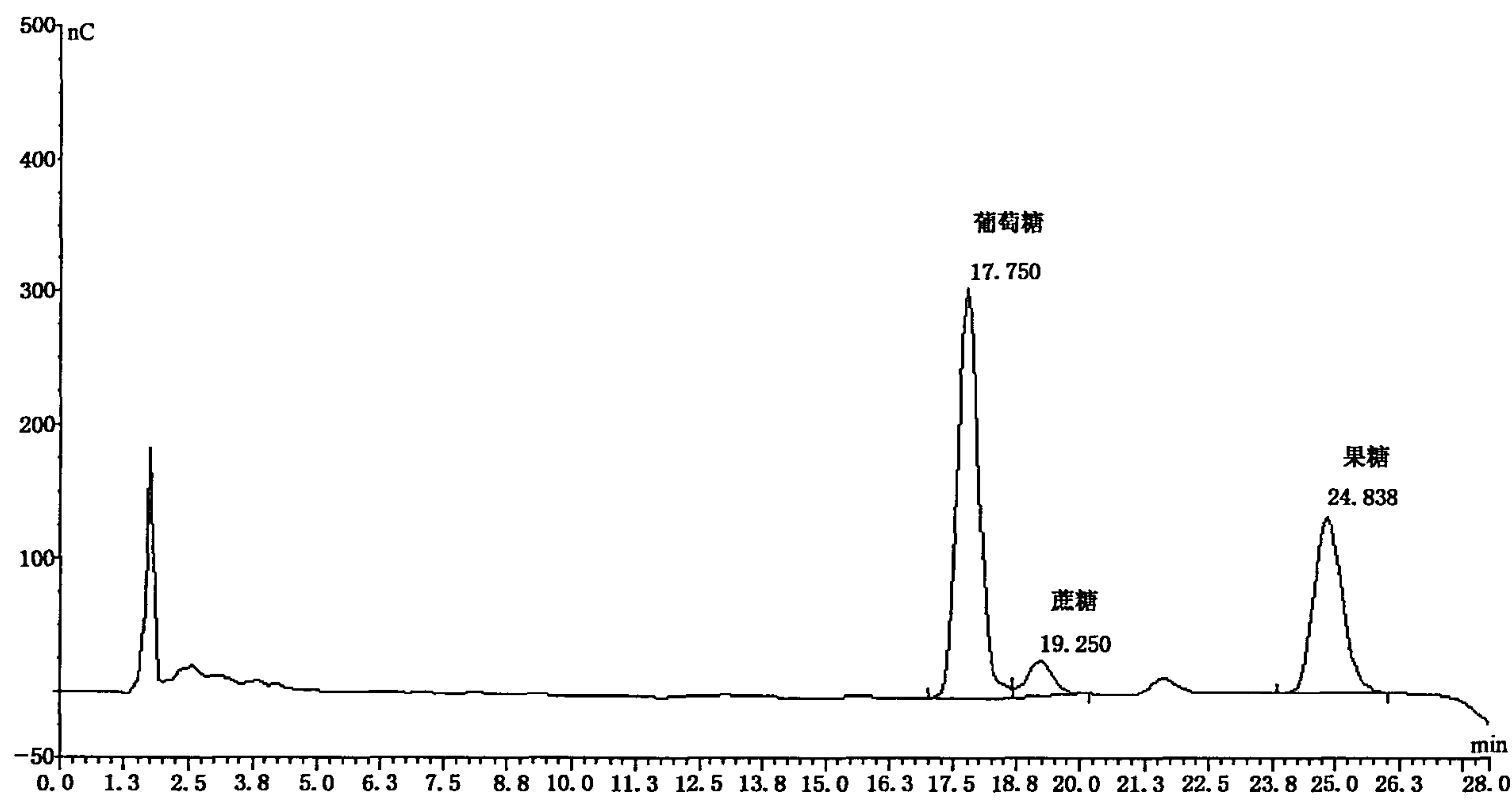


图 A.2 样品溶液分析典型色谱图

A.3 色谱柱的维护:实验表明,烟草萃取液的复杂基质会影响相应的离子色谱系统,为确保良好的分离能力,需要对色谱柱进行清洗,建议每分析十次样品后进行清洗。色谱柱清洗及平衡程序见表 A.1。

表 A.1 色谱柱清洗及平衡程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%	流动相 C/%	流动相 D/%
0.000	36	0	24	40
30.000	36	0	24	40
30.001	20	0	80	0
60.000	20	0	80	0
60.001	90	10	0	0
90.000	90	10	0	0

中华人民共和国烟草
行 业 标 准
烟草及烟草制品 葡萄糖、果糖、
蔗糖的测定 离子色谱法
YC/T 251—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

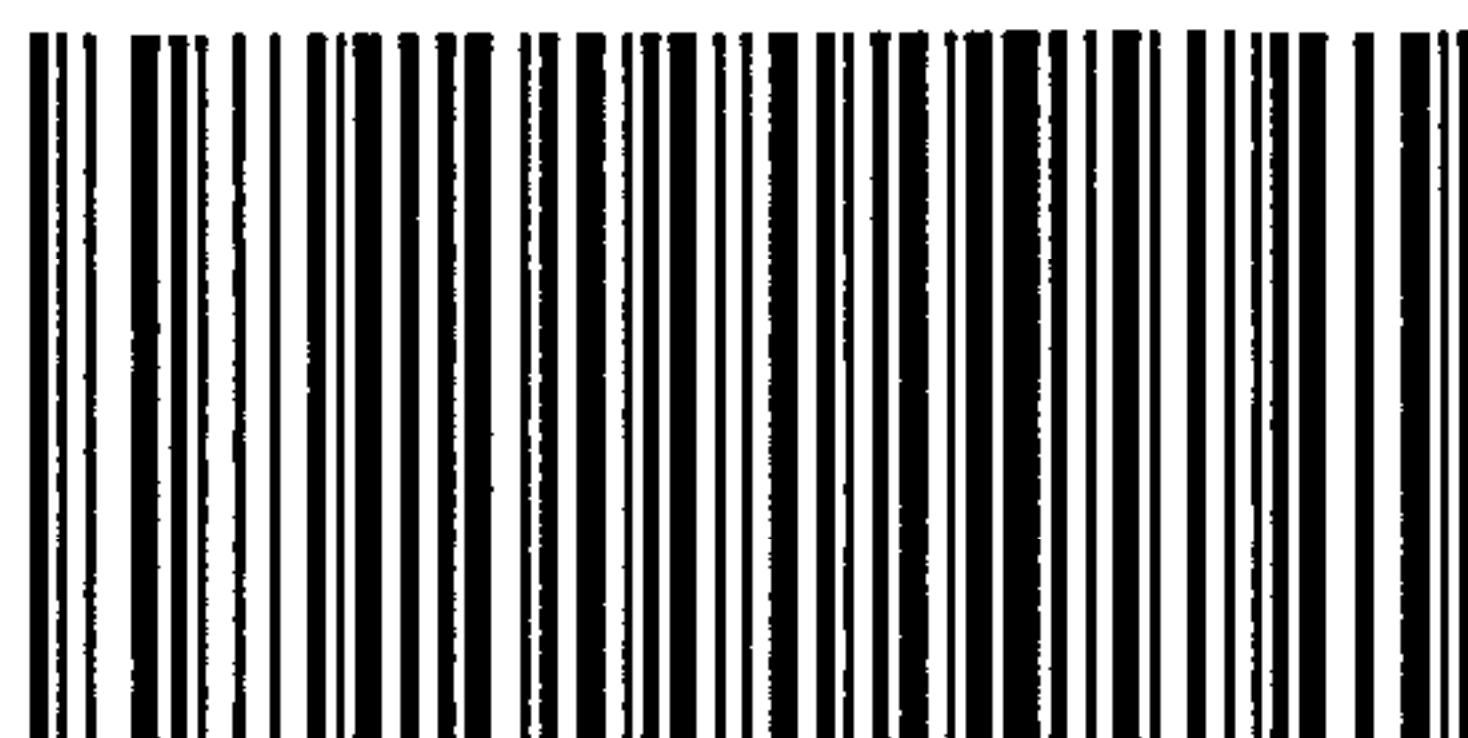
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2008年5月第一版 2008年5月第一次印刷

*

书号: 155066·2-18749

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 251—2008