



中华人民共和国国家标准

GB/T 23203.1—2008

卷烟 总粒相物中水分的测定 第1部分：气相色谱法

Cigarettes—Determination of water in smoke condensates—
Part 1: Gas-chromatographic method

(ISO 10362-1:1999, MOD)

2008-12-31 发布

2009-06-01 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

GB/T 23203《卷烟　总粒相物中水分的测定》分为两个部分：

- 第1部分：气相色谱法；
- 第2部分：卡尔·费休法。

本部分为GB/T 23203的第1部分。

本部分修改采用ISO 10362-1:1999《卷烟　总粒相物中水分的测定 第1部分：气相色谱法》(英文版)。

本部分根据ISO 10362-1:1999重新起草。

考虑到我国国情，本部分与ISO 10362-1:1999相比存在少量技术性差异，有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及条款的页边处用垂直单线标识。在附录B中给出了这些技术性差异及其原因的一览表以供参考。

为便于使用，本部分对ISO 10362-1:1999做了下列编辑性修改：

- 删除ISO 10362-1:1999的前言；
- 删除ISO 10362-1:1999的引言；
- 删除ISO 10362-1:1999的参考文献；
- 增加附录B“本方法与ISO 10362-1:1999的对照”。

本部分的附录A、附录B均为资料性附录。

本部分由国家烟草专卖局提出。

本部分由全国烟草标准化技术委员会(SAC/TC 144)归口。

本部分起草单位：国家烟草质量监督检验中心。

本部分主要起草人：唐纲岭、王芳、边照阳、吴名剑、刘惠民。

卷烟 总粒相物中水分的测定

第1部分:气相色谱法

1 范围

GB/T 23203 的本部分规定了卷烟烟气总粒相物中水分的气相色谱测定方法。卷烟的抽吸和主流烟气的收集一般按照 GB/T 19609 进行。

本部分适用于标准与非标准抽吸所得到的卷烟烟气总粒相物中水分的测定。

注:若不使用气相色谱法,应使用卡尔·费休法测定总粒相物中的水分。卡尔·费休法测出的水分结果同样有效,但应在结果中注解说明。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过GB/T 23203 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 19609 卷烟 用常规分析用吸烟机测定总粒相物和焦油(GB/T 19609—2004,ISO 4387:2000,MOD)

3 原理

将主流烟气的总粒相物溶解于含有内标物的萃取剂中,用气相色谱法测定萃取液的水分含量,计算出总粒相物中的水分含量。

4 试剂

应使用分析纯级试剂。

- 4.1 载气:氦气或氮气。
- 4.2 异丙醇:水分含量不高于 1.0 mg/mL。
- 4.3 内标物:乙醇或甲醇(纯度不低于 99%)。
- 4.4 萃取剂:含有适当浓度内标物(4.3)的异丙醇(4.2),一般为 5 mL/L。
若萃取剂存放时未控制温度,使用前应将其温度平衡至(22 ± 2)℃。
- 4.5 标准物质:蒸馏水或去离子水。
- 4.6 标准溶液:加入一定量的水(4.5)于萃取剂(4.4)中,制备至少 4 个标准溶液,其浓度范围应覆盖预计在样品中检测到的水分浓度(一般最高浓度为 4 mg/mL),其中一个标准溶液不加水(溶剂空白)。

为防止吸水,盛放萃取剂的容器应装有去水装置,所有溶液均应密封,萃取剂在使用之前应持续搅拌以使水分均匀,标准溶液制备所用萃取剂应与 6.1 所用萃取剂为同一批。

建议标准溶液至少每周制备一次。

5 仪器设备

常用实验仪器及下述各项:

- 5.1 气相色谱仪:带热导池检测器、记录仪和积分仪或其他合适的数据处理设备。
色谱瓶和瓶盖应放在干燥器中保存备用。

5.2 色谱柱:内径 2 mm~4 mm,最佳长度 1.5 m~2 m。

固定相:150 μm ~190 μm (100 目~80 目)的 Porapak Q。

色谱柱最好使用去活的不锈钢柱,其他材料如玻璃或镍色谱柱也可以使用;也可以使用 Porapak QS 或 Chromosorb 102 固定相。

6 操作步骤

6.1 试样

将吸烟机抽吸卷烟得到的总粒相物溶解于一定体积的萃取剂(4.4)中,直径 44 mm 的玻璃纤维滤片用 20 mL 萃取剂,直径 92 mm 的玻璃纤维滤片用 50 mL 萃取剂,应确保萃取剂浸没滤片。只要能保证萃取效率,萃取剂的体积也可调整以给出合适的标准曲线水分浓度(见 6.3)。标准的卷烟抽吸见 GB/T 19609。

6.2 仪器准备

按照制造商的说明调整和操作气相色谱仪(5.1)。应确保水分峰、内标物峰和溶剂峰完全分离。分析时间大约 4 min,分析之前应注入 2 μL 萃取剂调节仪器。

合适的操作条件如下:

- 柱箱温度:170 $^{\circ}\text{C}$ (等温线);
- 进样口温度:250 $^{\circ}\text{C}$;
- 检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$;
- 载气:氮气,流量大约 30 mL/min;
- 进样体积:2 μL 。

注:若检测器灵敏度足够高,也可使用氮气作为载气。

6.3 标准曲线的制作

分别取 2 μL 标准溶液(4.6)注入气相色谱仪,记录水分和内标物(4.3)的峰面积(或峰高),至少进行两次测定。

计算每个标准溶液(包括溶剂空白)水分与内标物的峰面积比(或峰高比),作出水分浓度与峰面积比的关系曲线,或计算出回归方程。

每天进行一次标准曲线的制作。另外,每 20 次样品测定后应注入一个中等浓度的标准溶液,如果测得的值与原值相差超过 5%,则应重新进行整个标准曲线的制作。

注:由于萃取剂中含有水分,所以回归曲线不经过原点。

若萃取剂水分含量超过 1.0 mg/mL,则不应使用该批萃取剂。

6.4 空白试验

由于烟气捕集器和溶剂吸收水分,故应测定样品空白水分含量。用另外的装有滤片的捕集器(每 100 支卷烟至少 2 个)按与收集烟气的捕集器相同的方法制备样品空白。吸烟过程中将空白捕集器放在吸烟机旁,与样品同样萃取、分析。

6.5 测定

分别注入样品溶液(6.1)和空白溶液(6.4)于气相色谱仪,计算水分与内标物的峰面积比(或峰高比)。

在同样的条件下重复测定两次,计算两次测定的平均值。

注:如果最终测定结果是取几个通道测定结果的平均值,且采用自动进样器,可不进行平行测定。

7 结果的计算与表述

用 6.3 制作的标准曲线或回归方程计算样品萃取液和空白溶液的水分浓度。

卷烟烟气总粒相物的水分含量 w ,以每支卷烟所含的毫克数表示,由式(1)得出:

式中：

c_1 ——样品溶液的水分浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

c_2 ——空白溶液的水分浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

n —吸入每个捕集器的烟支数;

V——萃取剂体积,单位为毫升(mL)。

每通道结果精确至 0.01 mg, 平均值精确至 0.01 mg。

8 重复性和再现性

1990 年采用 6 个样品,由 30 个实验室参加的一项国际共同试验研究表明,在按照 GB/T 19609 抽吸卷烟,采用本方法测定卷烟烟气总粒相物中水分含量时,得到了下述重复性值(r)和再现性值(R)。

由同一操作者使用相同的设备,在尽可能短的时间间隔内,用可比的样品得到的两个结果之间的差值超出重复性值的情况每二十次不超过一次。

两个实验室用可比的样品得到的两个结果之间的差值超出再现性值(R)的情况平均每二十次不超过一次。

数据分析结果见表 1。

表 1 重复性和再现性

单位为毫克每支

平均值 m_N	重复性值 r	再现性值 R
0.083	0.154	0.241
0.153	0.228	0.353
0.338	0.272	0.381
0.962	0.407	0.734
1.595	0.561	0.935
3.187	0.908	1.680

计算 r 和 R 时, 测定结果是指在一次抽吸试验中抽吸 20 支卷烟所得到的平均值。

9 测试报告

测试报告应说明每支卷烟的水分含量和使用的方法,应包含可能影响结果的所有条件(如抽吸时的大气条件),还应包括样品的唯一性资料。

附录 A

(资料性附录)

本方法与烟碱测定的方法同时使用

本方法可以与 GB/T 23355《卷烟 总粒相物中烟碱的测定 气相色谱法》规定的方法同时使用。可如下进行：

- 在 4.4 的萃取剂中加入适量烟碱测定的内标物；
- 将总粒相物萃取液注入烟碱分析色谱柱，该色谱柱连接到火焰离子化检测器上，同时注入本方法规定的水分分析色谱柱中。

使用带有分流系统的双进样口气相色谱仪，配备自动进样器，可以实现烟碱和水分的同时自动分析。同一萃取液顺序测定烟碱和水分时，应先测定水分，避免样品吸收水分而影响水分测定结果。

附录 B

(资料性附录)

本标准与 ISO 10362-1:1999 的对照

表 1 给出了本标准与 ISO 10362-1:1999 的技术性差异及其原因一览表。

表 1 本标准与 10362-1:1999 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
2,6,1,8	引用了规范性文件：GB/T 19609	引用我国制定的相应标准，适合我国国情，便于对标准的理解和执行
7	“结果的计算与表述”中修改“平均值精确至 0.1 mg”为“平均值精确至 0.01 mg”	适应我国国情，便于操作执行

参 考 文 献

GB/T 23355—2009 卷烟 总粒相物中烟碱的测定 气相色谱法

中华人民共和国
国家标准
卷烟 总粒相物中水分的测定

第1部分：气相色谱法

GB/T 23203.1—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 11 千字
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷

*

书号：155066·1-36916 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 23203.1-2008