

中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 253—2008

卷烟 主流烟气中氰化氢的测定 连续流动法

Cigarettes—Determination of hydrogen cyanide in cigarette mainstream
smoke—Continuous flow method

MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

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:湖南中烟工业有限责任公司。

本标准主要起草人:杜文、曹继红、钱晓春。

 **美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

卷烟 主流烟气中氰化氢的测定

连续流动法

1 范围

本标准规定了卷烟主流烟气中氰化氢(氢氰酸)释放量的连续流动测定方法。

本标准适用于卷烟主流烟气中氰化氢(氢氰酸)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 19609 卷烟 用常规分析用吸烟机测定总颗粒物 and 焦油(GB/T 19609—2004, ISO 4387:2000, MOD)

3 原理

使用异烟酸-1,3-二甲基巴比妥酸显色体系在连续流动分析仪上检测氰化氢,其反应单元发生的显色反应为:在微酸性条件下,主流烟气中的氰离子与氯胺 T 作用生成氯化氰,氯化氰与异烟酸反应,经水解生成戊烯二醛类化合物,再与 1,3-二甲基巴比妥酸反应生成蓝色化合物,在 600 nm 处进行光度检测。

4 试剂与材料

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 中一级水的要求。

4.2 试剂

4.2.1 氢氧化钠。

4.2.2 氰化钾。

4.2.3 氯胺 T。

4.2.4 邻苯二甲酸氢钾。

4.2.5 异烟酸。

4.2.6 1,3-二甲基巴比妥酸。

4.2.7 浓盐酸,37%(质量分数)。

4.3 Brij 35 溶液(聚乙氧基月桂醚)。将 250 g Brij 35 加入到 1 L 水中,加热搅拌直至溶解。

4.4 盐酸溶液,1.0 mol/L。在通风橱中,将 84 mL 浓盐酸(4.2.7)缓慢加入到 500 mL 水中,加入 0.5 mL Brij 35 溶液(4.3),用水稀释至 1 L。

4.5 氢氧化钠溶液,1.0 mol/L。用 500 mL 水溶解 40 g 氢氧化钠(4.2.1),用水稀释至 1 L。

4.6 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液:称取约 2.3 g 氢氧化钠(4.2.1)、20.5 g 邻苯二甲酸氢钾(4.2.4),用水溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至约 975 mL。用盐酸溶液(4.4)或氢氧化钠溶液(4.5)调 pH 值至 5.3。加入 0.50 mL 的 Brij 35 溶液,用水定容至刻度。

4.7 显色试剂(异烟酸-1,3-二甲基巴比妥酸溶液)。称取约 7.0 g 氢氧化钠(4.2.1)、16.8 g 1,3-二甲基巴比妥酸(4.2.6)和 13.6 g 异烟酸(4.2.5),用水溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至约 975 mL。用盐酸溶液(4.4)或氢氧化钠溶液(4.5)调 pH 值至 5.3。加入 0.50 mL 的 Brij 35 溶液,用水定容至刻度。在 30℃ 下强力搅拌 1 h,过滤后备用。该溶液在 2℃~5℃ 条件下,有效期为 3 个月。

4.8 氯胺 T 溶液。称取约 2.0 g 氯胺 T(4.2.3),转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。该溶液在 2℃~5℃ 条件下,有效期为 3 个月。

4.9 氢氧化钠溶液,0.1 mol/L。称取约 4.0 g 氢氧化钠(4.2.1),用水溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

4.10 氢氧化钠清洗溶液,0.1 mol/L。称取约 4.0 g 氢氧化钠(4.2.1),用水溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,加入约 1.0 mL 的 Brij 35 溶液(4.3),用水定容至刻度。

4.11 100 mg/L 氰离子标准储备溶液。称取约 0.25 g 氰化钾(4.2.2)于烧杯中,用氢氧化钠溶液(4.9)溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中,用氢氧化钠溶液(4.9)定容至刻度,混合均匀,标定氰离子实际浓度。标准储备溶液用棕色瓶保存,储存于冰箱中 2℃~5℃ 条件下。此溶液应每月制备一次。

注意:KCN 剧毒!

4.12 工作标准溶液。由标准储备溶液(4.11)用氢氧化钠溶液(4.9)制备至少 5 个工作标准溶液,其浓度范围应覆盖预计检测到的样品含量(每支 104 μg 氰化氢对应的样品溶液氰离子浓度约为 4 mg/L)。工作标准液应存储于冰箱中 2℃~5℃ 条件下。工作标准溶液应即配即用。

5 仪器

5.1 设备

GB/T 19609 所规定的各项仪器设备及下述各项:

- 分析天平,精确至 0.1 mg;
- 连续流动分析仪,配光度检测器和 600 nm 滤光片;
- 震荡器;
- 精密 pH 计;
- 打孔气体吸收瓶,80 mL。

5.2 卷烟主流烟气中氰化氢捕集装置

卷烟主流烟气粒相部分中的氰化氢由剑桥滤片捕集,气相部分中的氰化氢由串接于剑桥滤片之后的打孔吸收瓶捕集,吸收瓶中装有 30 mL 氢氧化钠溶液(4.9)。捕集装置见图 1。

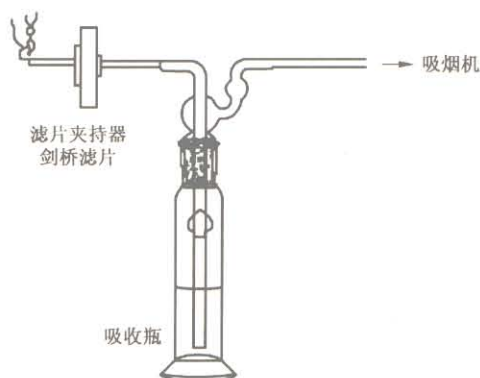


图 1 卷烟主流烟气中氰化氢的捕集装置

6 采样及试样制备

6.1 按照 GB/T 5606.1 抽取实验室样品。

6.2 按照 GB/T 19609 标准条件抽吸卷烟,每个通道抽吸 4 支。

7 样品的前处理和分析

7.1 滤片浸提

抽吸卷烟后,取出截留主流烟气的剑桥滤片,放入 125 mL 锥型瓶中,加入 50 mL 氢氧化钠溶液(4.9),常温下浸泡振荡 30 min,过滤后装入样品杯内。

7.2 气相捕集

用 30 mL 氢氧化钠溶液(4.9)捕集 4 支卷烟主流烟气的相中的氰化氢。用氢氧化钠溶液(4.9)淋洗吸收瓶与主流烟气接触的部分,合并捕集液及淋洗液,转移至 50 mL 容量瓶中,用氢氧化钠溶液(4.9)定容至刻度,摇匀,装入样品杯内。

7.3 样品的测定

样品在连续流动仪上经过在线稀释后二次进样分析,一种典型的连续流动分析仪配置方案参见附录 A 中图 A.1。分析工作标准液(4.12)系列和样品溶液(7.1 和 7.2),由 600 nm 处检测器响应值(峰高)采用外标法定量。每个样品重复测定两次。连续流动仪样品测试典型图谱参见附录 A 中图 A.2。

7.4 空白样

每批次样品的连续流动检测过程中应加入空白样品以考察分析过程可能受到的污染。

空白样品:把空白剑桥滤片放入 125 mL 锥型瓶中,加入 50 mL 氢氧化钠溶液(4.9),常温下浸泡振荡 30 min,过滤后装入样品杯内。

空白样中不应检出氰化氢。如检出,则应清洗管道直至空白样中未检出氰化氢。

8 结果的计算与表述

8.1 卷烟主流烟气颗粒物中的氰化氢(剑桥滤片捕集的部分)按式(1)计算:

$$y_1 = 1.038 \times c_1 \times V_1 / n \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

y_1 ——卷烟主流烟气颗粒物中的氰化氢,单位为微克每支($\mu\text{g}/\text{支}$);

1.038——由氰离子换算成氰化氢的系数;

c_1 ——样品溶液中氰离子的检测浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_1 ——滤片萃取液的体积,单位为毫升(mL);

n ——抽吸烟支的数目,单位为支。

8.2 卷烟主流烟气的相中的氰化氢(氢氧化钠溶液捕集的部分)按式(2)计算:

$$y_2 = 1.038 \times c_2 \times V_2 / n \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

y_2 ——卷烟主流烟气的相中的氰化氢,单位为微克每支($\mu\text{g}/\text{支}$);

1.038——由氰离子换算成氰化氢的系数;

c_2 ——样品溶液中氰离子的检测浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_2 ——滤片萃取液的体积,单位为毫升(mL);

n ——抽吸烟支的数目,单位为支。

8.3 卷烟主流烟气氰化氢释放量按式(3)计算:

$$y = y_1 + y_2 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

y ——卷烟主流烟气氰化氢释放量,单位为微克每支($\mu\text{g}/\text{支}$)。

以两次测定的平均值作为测定结果,精确至 1 $\mu\text{g}/\text{支}$ 。两次平行测定结果之间的相对偏差不应大于 10.0%。

9 回收率与检出限

9.1 回收率

控制样品:把空白剑桥滤片放入 125 mL 锥形瓶中,加入 47.5 mL 氢氧化钠溶液(4.9)和 2.5 mL 100 mg/L 标准储备溶液(4.11),常温下浸泡振荡 30 min,过滤后装入样品杯内。控制样品氰离子浓度为 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

本方法测得的控制样品的典型回收率为 98.6%。

在每批次样品的连续流动检测过程中,最多连续检测 10 个样品后需检测一个控制样品以考察回收率,在整个批次样品检测期间测得的控制样品的回收率应介于 95%~105%之间。

9.2 检出限(LOD)

本方法典型检出限为 0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (以氰离子计),相当于烟气粒相或气相中 0.26 $\mu\text{g}/\text{支}$ 氰化氢释放量。

10 检验报告

检验报告应包括以下内容:

- 识别被测样品需要的所有信息;
- 参照本标准所使用的试验方法;
- 检测环境大气条件;
- 检测结果,包括各单次测定结果及其平均值;
- 卷烟总粒相物产生量;
- 总粒相物中烟碱含量;
- 焦油量;
- 抽吸口数;
- 检测日期;
- 检测人员。

11 注意事项

氰化物剧毒,实验人员应在进行相关操作时佩戴防护手套以保证安全。测定后的废液不允许与酸性溶液混合,不可直接排放,实验废液收集后应按相关规定处理。

附录 A
(资料性附录)

连续流动分析仪典型配置和样品测试典型图谱

连续流动分析仪配置
进样速率40个/min
样品清洗比1:1

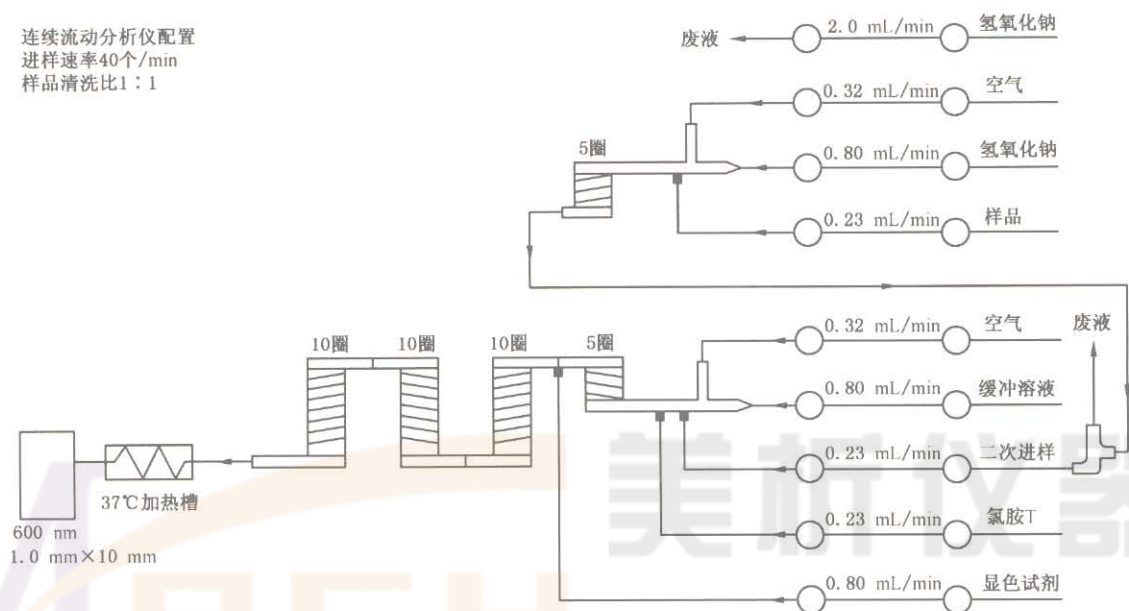


图 A.1 氰化氢检测连续流动仪典型配置图

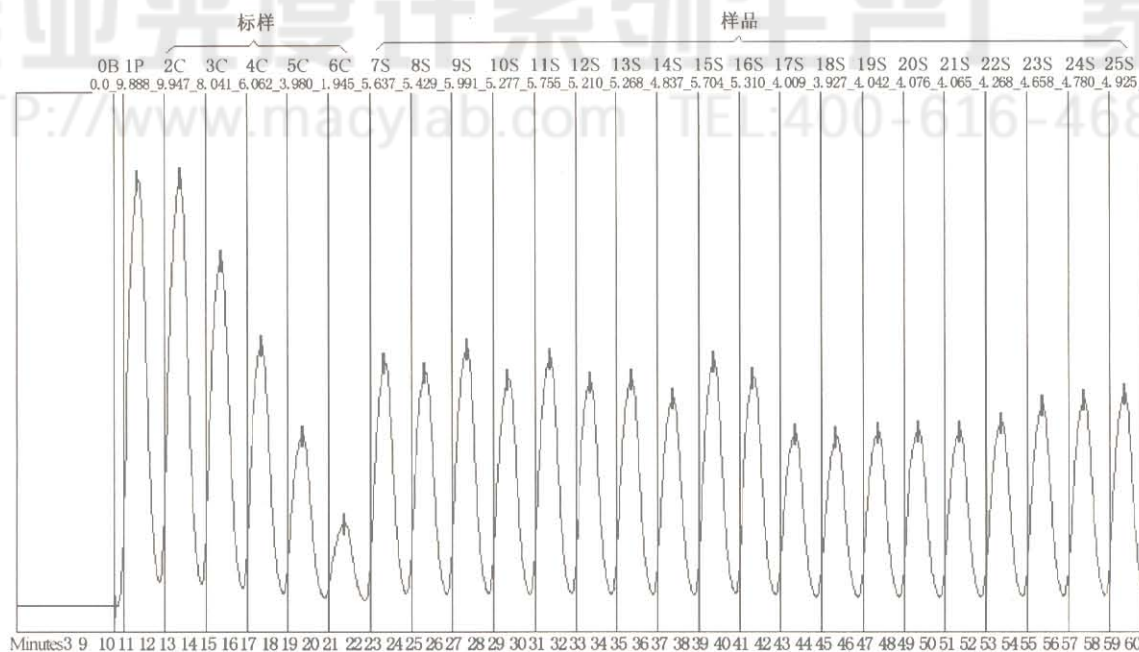


图 A.2 样品测试典型图谱示例

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT

专业光度计系列生产厂家
中华人民共和国烟草
行业标准

卷烟 主流烟气中氰化氢的测定
连续流动法

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

YC/T 253—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: 155066·2-18751 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 253-2008