

中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 242—2008

烟用香精 乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇 含量测定 气相色谱法

Tobacco flavouring—Determination of ethanol, 1,2-propylene
glycol and glycerol—Gas 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 和附录 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:上海烟草(集团)公司。

本标准主要起草人:谢焰、陆怡峰、殷引、李奇、刘百战。

烟用香精 乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇 含量测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了烟用香精中乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇的气相色谱测定方法。

本标准适用于烟用香精中乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇的测定。

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。

YC/T 145.10 烟用香精 抽样

3 原理

用加有内标的正丙醇溶液稀释样品，使用配有氢火焰检测器的气相色谱仪测定稀释后样品中乙醇、1,2-丙二醇和丙三醇的含量，进而计算得出原样品中乙醇、1,2-丙二醇和丙三醇的含量。

4 试剂与材料

4.1 除特殊要求外，应使用分析纯级试剂。

4.2 正丙醇(C_3H_8O)。

4.3 乙醇(C_2H_6O)。

4.4 1,2-丙二醇($C_3H_8O_2$)，应存放于干燥器中。

4.5 丙三醇($C_3H_8O_3$)，应存放于干燥器中。

4.6 1,4-丁二醇($C_4H_{10}O_2$)，应存放于干燥器中。

4.7 正丙醇溶液：在正丙醇(4.2)中加入内标 1,4-丁二醇(4.6)，配制浓度约为 2 mg/mL 的溶液。

4.8 混合储备液：取乙醇(4.3)约 2 g，1,2-丙二醇(4.4)约 1.6 g，丙三醇(4.5)约 0.1 g，精确至 0.000 1 g，置于 100 mL 容量瓶中，用正丙醇(4.2)定容至刻度。混合储备液应置于 4℃ 条件下保存，有效期为 3 个月。

4.9 标准溶液：取混合储备液(4.8)1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL，分别加入正丙醇溶液(4.7)10 mL，摇匀，制备 1 级~5 级标准溶液。

5 仪器设备

5.1 气相色谱仪

配置有氢火焰检测器，进样口应具有分流进样方式。进样口、柱箱、检测器应分别配有独立可控制的加热单元。

5.2 色谱柱

弹性熔融石英毛细管柱，柱长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 1 μ m，固定相为 35% 联苯-65% 聚二甲基硅氧烷。

5.3 分析天平

精确至 0.1 mg。

6 抽样

按照 YC/T 145.10 抽取样品。

7 分析步骤

7.1 气相色谱条件

- 进样口温度 250℃,检测器温度 275℃;
- 程序升温:110℃,保持 3 min;以 10℃/min 速率由 110℃ 升至 150℃,保持 3 min;再以 30℃/min速率由 150℃ 升至 220℃,保持 5 min;
- 载气:氮气,0.7 mL/min;
- 尾吹气:氮气,30 mL/min;
- 氢气:30 mL/min;
- 空气:400 mL/min;
- 进样量 1 μL,分流进样,分流比 50:1。

7.2 工作曲线绘制

对 1 级~5 级标准溶液(4.9)进行色谱测定,进样量为 1 μL。计算各级标准溶液中乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇与内标的峰面积比,做出乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇浓度与峰面积比的标准曲线或计算得出回归方程,工作曲线应为线性关系,相关系数 R^2 应大于 0.99。

7.3 样品测定

7.3.1 样品处理

取香精样品 100 μL,进行称量,记作 m ,精确至 0.000 1 g,加 10 mL 正丙醇溶液(4.7),振荡摇匀,得到样品溶液。

注:如振荡后液体呈非澄清状,应进行相应处理(如过滤)后分析。

7.3.2 测定

测定试样溶液,计算乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇与内标物的峰面积比,由工作曲线回归方程计算得出样品溶液中乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇的质量,记作 m 。

每个试样应平行测定两次,两次测定值的相对标准偏差应小于 5%。

对标准溶液和烟用香精样品进行气相色谱分析,所得到气相色谱图参见附录 B 中图 B.1 和图 B.2。

8 结果计算与表述

样品中乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇的含量以质量分数 w 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = 100m/1\ 000m_0 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m ——从工作曲线上读取的样品溶液中乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇的质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的平均值为测定结果,保留小数点后两位。

9 回收率和检出限

本方法的回收率和检出限试验结果参见附录 A。

10 检测报告

检测报告应说明:

- 识别被测样品需要的所有信息;

- 参照本标准所使用的检测方法；
- 检测结果,包括各单次检测结果及其平均值；
- 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)
方法的回收率和检出限

A.1 回收率试验结果

回收率试验结果见表 A.1。

表 A.1 回收率试验结果($n=5$)

化合物	原含量/mg	加入标样量/mg	回收率/%	变异系数/%
乙醇	42.66	39.94	95.59	1.52
1,2-丙二醇	21.49	32.06	97.01	0.60
丙三醇	1.89	2.06	103.15	0.97

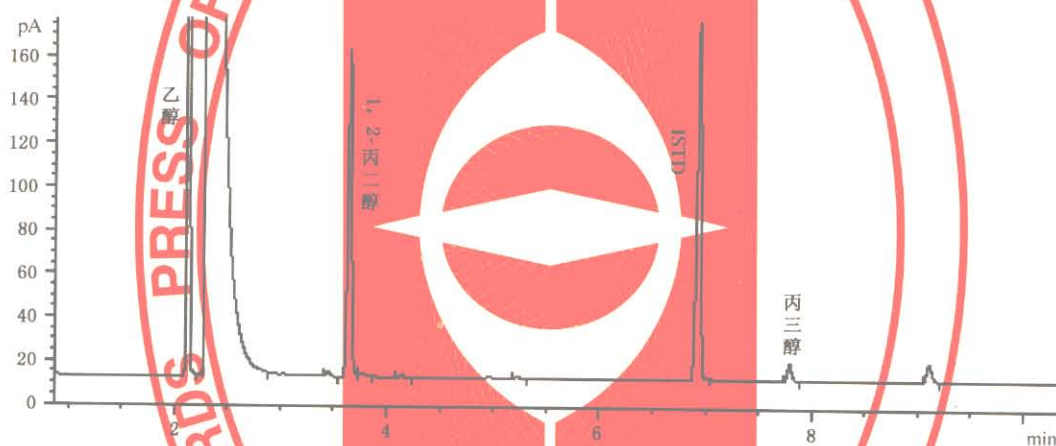
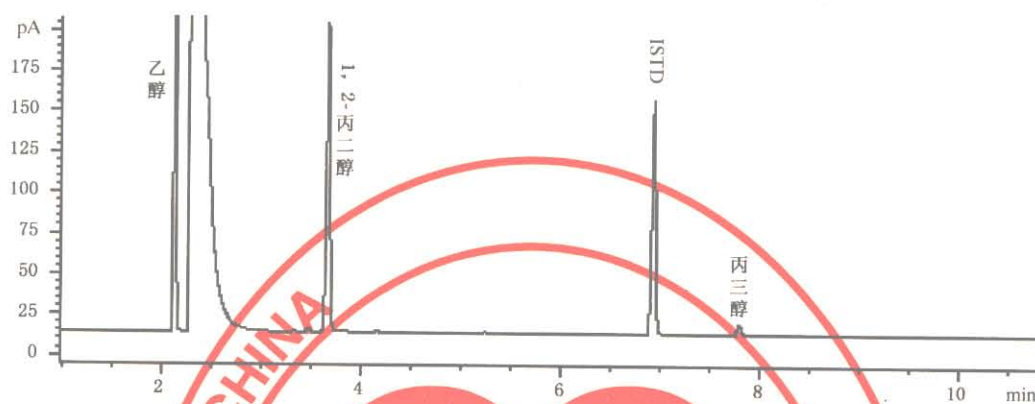
A.2 检出限试验结果

检出限试验结果见表 A.2。

表 A.2 检出限试验结果

化合物	定性检出限/%	定量检出限/%
乙醇	0.01	0.04
1,2-丙二醇	0.02	0.08
丙三醇	0.03	0.10

附录 B
(资料性附录)
色谱图示例



中 华 人 民 共 和 国 烟 草
行 业 标 准
烟用香精 乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇
含量测定 气相色谱法
YC/T 242—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

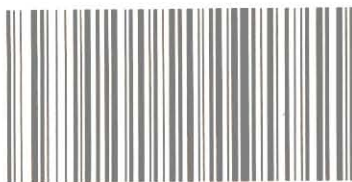
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2008年5月第一版 2008年5月第一次印刷

*

书号: 155066·2-18740 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 242-2008