



# 中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 296—2009

## 烟草及烟草制品 硝酸盐的测定 连续流动法

**Tobacco and tobacco products—Determination of nitrate content—  
Continuous flow method**

(ISO 15517:2003, Tobacco—Determination of nitrate content—  
Continuous flow analysis method, MOD)

2009-04-13 发布

2009-05-01 实施

数码防伪

国家烟草专卖局 发布



## 前 言

本标准修改采用 ISO 15517:2003《烟草 硝酸盐的测定 连续流动法》(英文版)。

本标准根据 ISO 15517:2003 重新起草。考虑到我国国情,与 ISO 15517:2003 相比,本标准存在少量技术性差异,这些技术性差异已编入正文,并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 C 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,与 ISO 15517:2003 相比,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) 删除 ISO 15517:2003 的标准参考文献;
- b) 增加了 2“规范性引用文件”;
- c) 删除 ISO 15517:2003 的 5.1“样品的准备”;
- d) 增加了 6.1“试样制备”;
- e) 删除 ISO 15517:2003 的 6“计算”;
- f) 增加了 6.3“标准曲线的制作”;
- g) 删除 ISO 15517:2003 的 7“精密度”;
- h) 增加了 7“结果的计算与表述”;
- i) 增加了图 1“硝酸盐的测定管路图”;
- j) 删除 ISO 15517:2003 的附录 B“硝酸盐的测定管路图”;
- k) 增加了附录 B;
- l) 增加了附录 C。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 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卷烟分技术委员会(TC 144/SC 1)归口。

本标准起草单位:国家烟草质量监督检验中心。

本标准主要起草人:刘彤、唐纲岭、张威、王颖、边照阳、王芳、李健、王海滨。



## 烟草及烟草制品 硝酸盐的测定 连续流动法

### 1 范围

本标准规定了烟草及烟草制品中硝酸盐的连续流动测定方法。

本标准适用于烟草及烟草制品中硝酸盐含量的测定。

本方法测定硝酸盐的检出限为 0.005 9%，定量限为 0.019 8%。

### 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 31 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

### 3 原理

用水萃取试样，萃取液中的硝酸盐在碱性条件下与硫酸肼-硫酸铜溶液反应生成亚硝酸盐。亚硝酸盐与对氨基苯磺酰胺反应生成重氮化合物，在酸性条件下，重氮化合物与 N-(1-萘基)-乙二胺二盐酸发生偶合反应生成一种紫红色配合物，其最大吸收波长为 520 nm，用比色计测定。

若萃取液中含有亚硝酸盐，将同时被检测。

注：亦可使用 5%醋酸作为萃取液。

### 4 试剂与材料

除特殊要求外，应使用分析纯试剂，水应为去离子水。

#### 4.1 Brij 35 溶液

将约 250 g Brij 35(聚乙氧基月桂醚)加入到 1 000 mL 水中，加热搅拌直至溶解。

#### 4.2 活化水

每 1 000 mL 水中加入 1 mL Brij35 溶液(4.1)，搅拌均匀。

#### 4.3 氢氧化钠溶液

称取约 8.0 g 氢氧化钠，溶于 800 mL 水中，加入 1 mL Brij35 溶液(4.1)后稀释至 1 000 mL。

#### 4.4 硫酸铜溶液

称取约 1.20 g 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )，溶于 100 mL 水中。

#### 4.5 硫酸肼-硫酸铜溶液

应选择最适宜的硫酸肼浓度，具体参见附录 A。根据选择的硫酸肼浓度，称取相应量的硫酸肼( $\text{N}_2\text{H}_6\text{SO}_4$ )，溶于 800 mL 水中，加入 1.5 mL 硫酸铜溶液(4.4)，稀释至 1 000 mL，储存于棕色瓶中。此溶液应每月配制一次。

#### 4.6 对氨基苯磺酰胺溶液

移取 25 mL 浓磷酸，加入至 175 mL 水中，然后加入约 2.5 g 对氨基苯磺酰胺( $\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$ )和

0.125 g N-(1-萘基)-乙二胺二盐酸( $C_{12}H_{14}N_2 \cdot 2HCl$ ), 搅拌溶解, 用水定容至 250 mL, 过滤后转移至棕色瓶中。配好的溶液应呈无色, 若为粉红色说明有亚硝酸根干扰, 应重新配制。该溶液应即配即用。

4.7 标准储备溶液(2 mg/mL)

准确称取 3.3 g 硝酸钾, 精确至 0.000 1 g, 用水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 混匀后存放于冰箱中。此溶液应每月配制一次。

4.8 工作标准溶液

由标准储备液(4.7)用水或 5% 醋酸溶液制备至少五个工作标准溶液, 其浓度范围应覆盖预计检测到的试样中硝酸盐的含量。工作标准溶液应贮存于 0 °C ~ 4 °C 条件下, 每两周配制一次。工作标准溶液配置所使用溶液应与样品萃取液保持一致。

5 仪器

5.1 连续流动分析仪, 由下述各部分组成:

- 取样器;
- 比例泵;
- 渗析器;
- 加热槽;
- 螺旋管;
- 比色计, 配 520 nm 滤光片;
- 记录仪或其他数据处理装置。

5.2 分析天平, 精确至 0.1 mg。

5.3 快速定性滤纸。

5.4 振荡器。

6 分析步骤

6.1 试样制备

按 YC/T 31 制备试样, 测定水分含量。

6.2 萃取

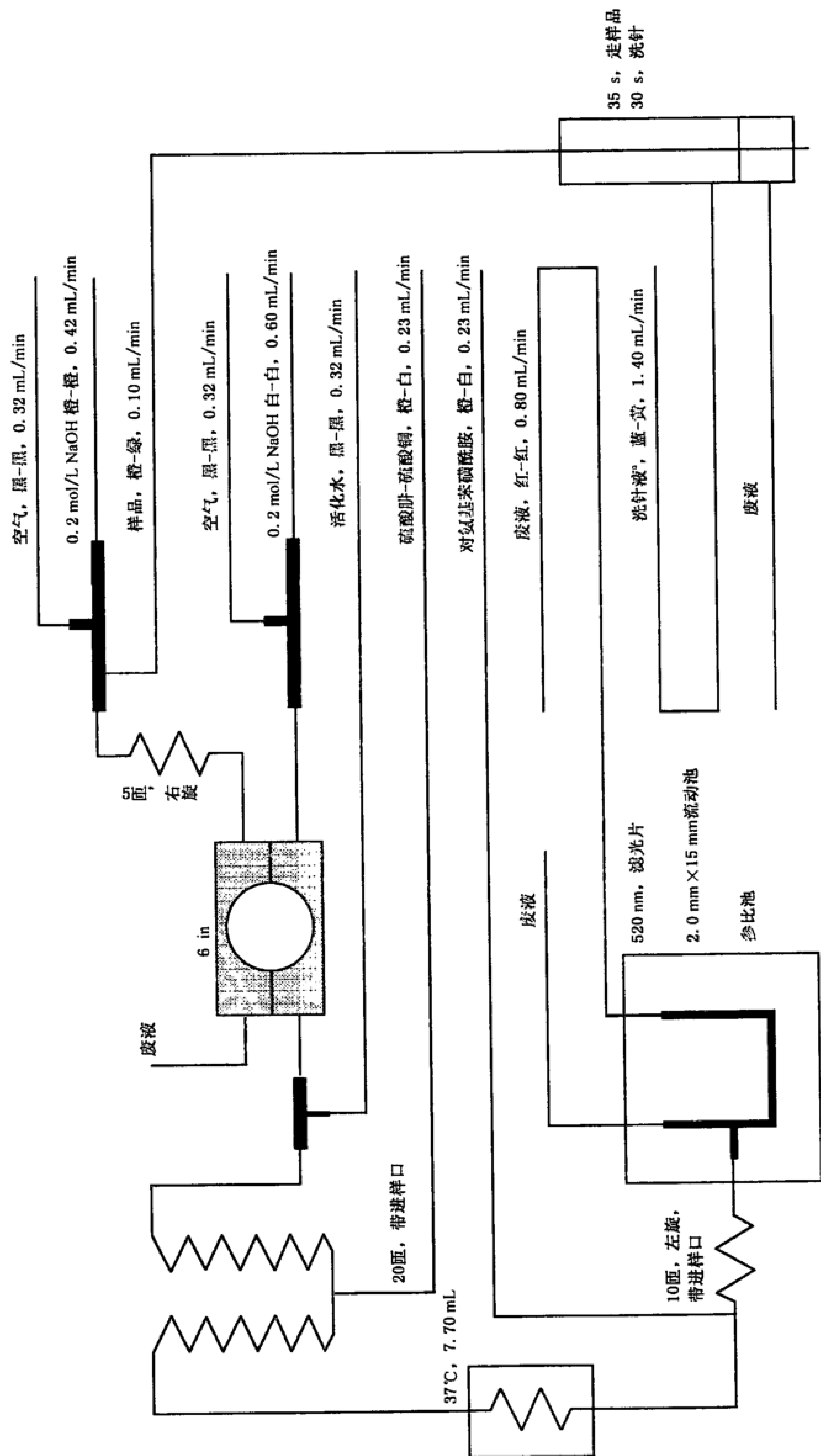
称取试样约 0.25 g, 精确至 0.000 1 g, 至 50 mL 具塞三角瓶中, 加入 25 mL 水, 具塞后置于振荡器(5.4)上, 振荡萃取 30 min。用快速定性滤纸(5.3)过滤萃取液, 弃去前几毫升滤液, 收集后续滤液作分析用。

6.3 标准曲线的制作

按图 1 所示的管路图, 上机运行系列工作标准溶液(4.8), 根据试验结果绘制标准曲线。标准曲线应为线性, 相关系数应不小于 0.999。

6.4 测定

按图 1 所示的管路图, 测定试样萃取液(6.2), 若萃取液浓度超出工作标准溶液的浓度范围, 则应稀释后重新测定。



<sup>a</sup> 洗针液应与样品萃取液保持一致。

图 1 硝酸盐的测定管路图

7 结果的计算与表述

7.1 结果的计算

以干基计的硝酸盐含量,由式(1)得出:

$$c = \frac{X \times V}{(m_1 - m_2) \times (1 - W) \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c——以干基计的硝酸盐含量,%;
- X——样品溶液硝酸盐的仪器观测值,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V——萃取液体积;单位为毫升(mL);
- W——试样的水分的质量分数,%;
- m<sub>1</sub>——称量瓶质量+样品质量,单位为克(g);
- m<sub>2</sub>——称量瓶质量,单位为克(g)。

7.2 结果的表述

结果以两次平行测定的平均值表示,精确至 0.01%。  
两次平行测定结果绝对值之差应不大于 0.05%。

7.3 精密度

本方法的精密度试验结果见表 1。

表 1 本方法的精密度试验结果

名 称	回收率/%
硝酸盐	98.4~100.4



## 附 录 A (资料性附录)

### 硫酸肼溶液最佳浓度的选择

硫酸肼溶液最佳浓度的选择应在安装调试仪器后,及在购买新的硫酸肼试剂时进行。可采用本附录中的方法 A 或方法 B。

#### A.1 方法 A

该方法在 ISO 15517 中被采用。

##### A.1.1 亚硝酸盐标准溶液

###### A.1.1.1 储备液

称取 0.900 g 亚硝酸钠( $\text{NaNO}_2$ ),溶于 800 mL 水中,用水定容至 1 000 mL。该储备液中亚硝酸根离子的浓度为 0.6 mg/mL。

###### A.1.1.2 工作溶液

移取 25 mL 储备液(A.1.1.1),用水定容至 100 mL,该工作溶液中亚硝酸根离子的浓度为 150  $\mu\text{g/mL}$ 。

##### A.1.2 硫酸肼溶液最佳浓度的选择

A.1.2.1 移取 0.75 mL 硫酸铜溶液,用水定容至 1 000 mL。

A.1.2.2 称取 0.5 g 硫酸肼,溶于 50 mL 水中,定容至 100 mL。

A.1.2.3 移取 1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、……、10.0 mL 硫酸肼溶液(A.1.2.2)分别用水定容至 25 mL。这些溶液浓度为:每 1 000 mL 含有 0.2 g、0.4 g、0.6 g、……、2.0 g 硫酸肼。

A.1.2.4 将图 1 中硫酸肼-硫酸铜试剂管路连接到进样针上,水的管路放入硫酸铜溶液储液瓶。样品的管路放入亚硝酸钠标准工作溶液储液瓶(A.1.1.2)。

A.1.2.5 打开比例泵,用正常方式走试剂。

A.1.2.6 把硫酸肼溶液(A.1.2.3)倒入样品杯中,按浓度由小到大的顺序放到进样器上。

A.1.2.7 当反应颜色到达流动池时,调节记录仪响应至满刻度的 90%,开始进样。

A.1.2.8 当所有硫酸肼溶液进样完毕后,记下由于亚硝酸根离子被还原为氮,而使溶液颜色变浅的硫酸肼溶液的浓度( $c_1$ )。

A.1.2.9 配制浓度为 150  $\mu\text{g/mL}$  的硝酸盐溶液,代替亚硝酸盐工作溶液(A.1.1.2)。基线回零后,将硫酸肼溶液重新进样,记录下硝酸盐响应值最大时硫酸肼溶液浓度( $c_2$ )。

A.1.2.10 硫酸肼溶液最佳浓度  $c$ ,  $c_2 < c < c_1$ 。保证硝酸根离子完全还原为亚硝酸根离子,而亚硝酸离子不被还原为氮。

#### A.2 方法 B

该方法被加拿大官方方法 T-308 所采用。

A.2.1 配制相同浓度的亚硝酸盐溶液和硝酸盐溶液。

A.2.2 同时运行亚硝酸盐溶液和硝酸盐溶液,如果后者的响应值比前者低很多,增加硫酸肼溶液的浓度重新进样,直到二者响应值相等。

附 录 B  
(资料性附录)  
实验室间共同研究结果

1993 年进行的有 12 个实验室参加使用 3 个样品进行的国际间共同试验表明,当用本方法分析单  
一等级烟草时,得到下列的重复性值( $r$ )和再现性值( $R$ )。

在正常且正确使用本方法、分析期间对仪器不进行校准、由一个操作者使用同一台仪器、在较短时  
间间隔内(分析 40 杯样品的时间)用不同萃取液得到的两个单个结果的差异超过重复性值( $r$ )的情况每  
20 次不多于一次。

在正常而且正确使用本方法时,由两个实验室得到的结果超过再现性值的情况每 20 次不多于  
一次。

数据分析结果见表 B. 1、表 B. 2。

表 B. 1 使用水萃取样品

烟草类型	硝酸盐含量平均值/ %	重复性值 $r$	再现性值 $R$
烤烟	0.11	0.03	0.12
香料烟	0.16	0.04	0.11
白肋烟	2.43	0.12	0.41

表 B. 2 使用 5%醋酸萃取样品

烟草类型	硝酸盐含量平均值/ %	重复性值 $r$	再现性值 $R$
烤烟	0.11	0.03	0.20
香料烟	0.16	0.04	0.21
白肋烟	2.43	0.05	0.39

计算  $r$  和  $R$  时,一个试验结果是指每一萃取液分析一次得到的值。

附 录 C  
(资料性附录)

本标准与 ISO 15517:2003 的技术性差异及其原因

表 C.1 给出了本标准与 ISO 15517:2003 的技术性差异及其原因的一览表。

表 C.1 本标准与 ISO 15517:2003 的技术性差异及其原因

标准的章条编号	技术性差异	原 因
2	增加“规范性引用文件”	以适合我国国情
5.1	删除 ISO 15517:2003 的 5.1“样品的准备”,增加了 6.1“试样制备”	与“规范性引用文件”一致
6	删除 ISO 15517:2003 的 6“计算”,增加了 6.3“标准曲线的制作”	以适合我国国情
7	删除 ISO 15517:2003 的 7“精密度”,增加了 7“结果的计算与表述”	以适合我国国情
附录 B	删除 ISO 15517:2003 的附录 B“硝酸盐的测定管路图”,增加了图 1“硝酸盐的测定管路图”	以适合我国国情
	增加“附录 B”	以适合我国国情

\_\_\_\_\_

中华人民共和国烟草  
行业标准  
烟草及烟草制品 硝酸盐的测定  
连续流动法  
YC/T 296—2009

\*

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](http://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

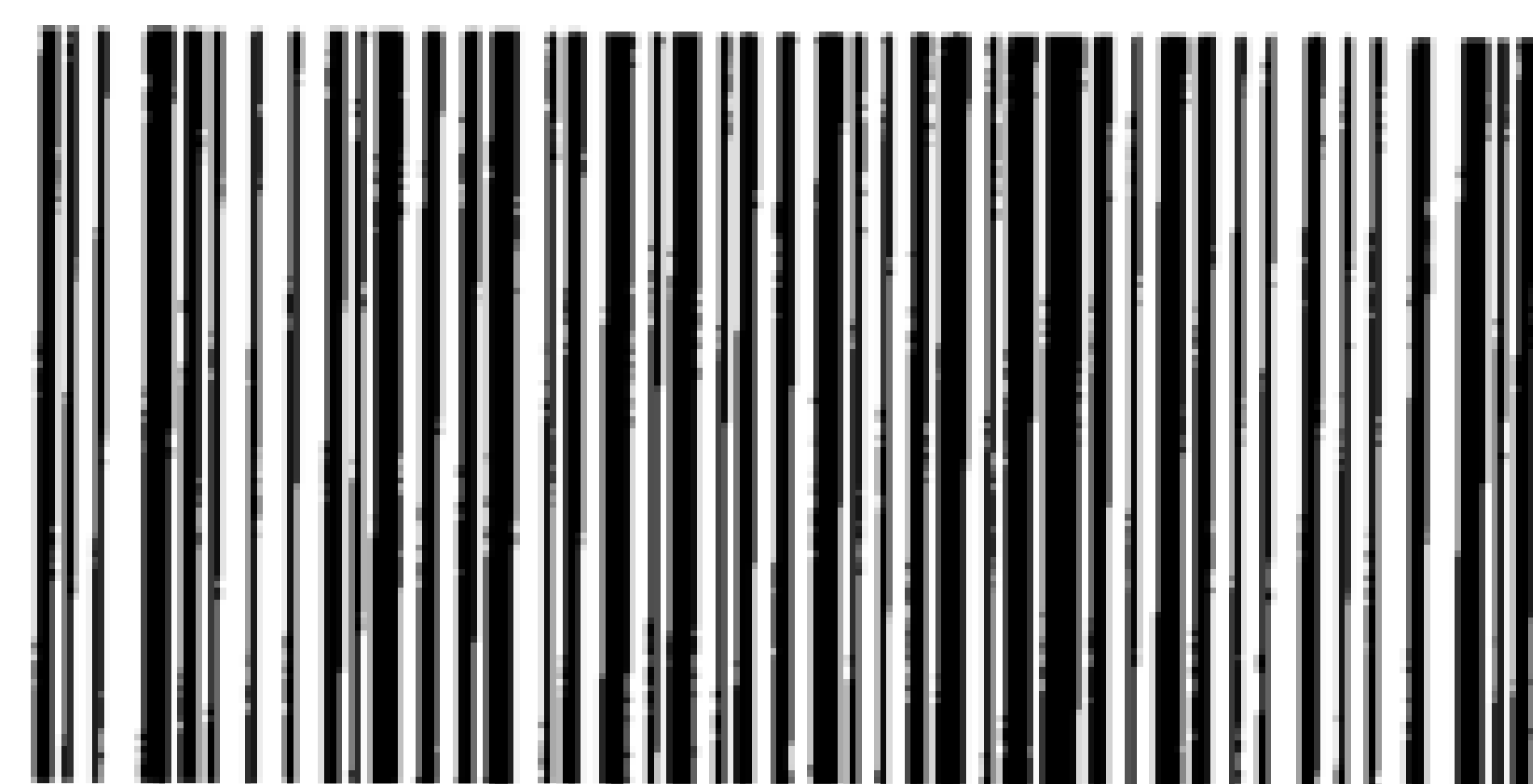
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字  
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-19753 定价 16.00 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 296—2009