ICS 

|  |
| --- |
|  |

DB45

广西壮族自治区地方标准

DB 45/T XXXXX—XXXX

|  |
| --- |
|  |

烟草及烟草制品 钠、钾、镁、钙的测定 离子色谱法

Determination of sodium, potassium, magnesium, calcium in tobacco and tobacco products—Ion Chromatography method

|  |
| --- |
|  |
|  |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

广西壮族自治区市场监督管理局   发布

前  言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由广西烟叶标准化技术委员会提出。

本标准起草单位：广西中烟工业有限责任公司。

本标准主要起草人：

烟草及烟草制品 钠、钾、镁、钙的测定 离子色谱法

1. 范围

本标准规定了烟草及烟草制品中钠、钾、镁、钙的离子色谱检测方法。

本标准适用于烟草及烟草制品中钠、钾、镁、钙含量的测定。

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

YC/T 31 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

1. 方法原理

用一定浓度的盐酸溶液提取烟草及烟草制品中的钠、钾、镁、钙，提取液中的钠、钾、镁、钙离子经离子交换分离后，采用电导检测器测定，保留时间定性，外标法定量。

1. 试剂和溶液

除特殊要求外，应使用色谱纯试剂和GB/T 6682规定的一级水。

盐酸，36 %～38 %（质量分数）。

甲基磺酸，色谱纯，99.0 %。

钠离子标准溶液，1000 μg/mL。

钾离子标准溶液，1000 μg/mL。

镁离子标准溶液，1000 μg/mL。

钙离子标准溶液，1000 μg/mL。

盐酸溶液（0.3 mol/L）：准确移取25.0 mL浓盐酸（4.1）于1000 mL容量瓶中，用水定容至刻度。

盐酸溶液（0.03 mol/L）：准确移取100 mL 0.3 mol/L的盐酸溶液（4.7）于1000 mL容量瓶中，用水定容至刻度。

淋洗液：甲基磺酸溶液（0.03 mol/L），称取2.883 g甲基磺酸（4.2），用水稀释后，转移至1000 mL容量瓶中，用水定容至刻度。

混合标准储备液：准确移取Na+标准溶液（4.3）2.5 mL、Mg2+标准溶液（4.5）5.0 mL、K+标准溶液（4.4）和Ca2+标准溶液（4.6）各10.0 mL于100 mL容量瓶中，用0.03 mol/L的稀盐酸溶液定容至刻度。该混合储备液中Na+、K+、Mg2+、Ca2+浓度分别为25.0 mg/L、100.0 mg/L、50.0 mg/L、100.0 mg/L。

系列标准工作溶液：分别移取0.05 mL、0.10 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.5 mL混合标准储备液（4.10）于10 mL容量瓶中，用0.03 mol/L的稀盐酸溶液定容至刻度，配制成如表1所示的5级标准工作溶液。

表1 系列标准工作溶液

单位：mg/L

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准工作溶液 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Na+ | 0.125 | 0.25 | 1.25 | 2.50 | 5.00 |
| K+ | 0.50 | 1.00 | 5.00 | 10.00 | 20.00 |
| Mg2+ | 0.25 | 0.50 | 2.50 | 5.00 | 10.00 |
| Ca2+ | 0.50 | 1.00 | 5.00 | 10.00 | 20.00 |

1. 仪器和设备

离子色谱仪，配备电导检测器和抑制器（4 mm）。

色谱柱：功能基为羧酸和膦酸的阳离子交换柱（CS16，250 mm×5 mm）或其他等效柱，CG16保护柱（50 mm×5 mm）。

0.22 μm水相滤膜。

旋风式样品磨，40目筛。

电子天平，感量为0.1 g。

涡旋振荡器，转速不小于1500 r/min。

烘箱。

1. 分析步骤

水分测定

按照YC/T 31制备成粉末状试样，混合均匀，置于干净的密封袋中待用，每个试样不少于5 g。

按照YC/T 31采用烘箱法测定水分含量。

提取

准确称取0.1 g样品（精确至0.0001g），置于50 mL离心管中，准确加入25 mL 0.3 mol/L的盐酸溶液（4.7），于室温下以1500 r/min转速涡旋10 min，静置5min。准确移取上清液1.0 mL至10 mL容量瓶，用水定容至刻度。取适量定容后的溶液经0.22 μm水相滤膜过滤后，进行离子色谱分析。

若待测液浓度超出标准曲线范围，则用0.03 mol/L的稀盐酸溶液（4.8）稀释适当倍数后，进行离子色谱分析。

空白实验：不加样品，重复步骤6.2，进行离子色谱分析。

离子色谱分析条件

以下色谱分析条件供参考，采用其他条件应验证其适用性：

流动相：0.03 mol/L甲基磺酸水溶液（4.9）；

流速：1.0 mL/min；

流动相梯度：恒速；

进样量：25 μL；

柱温：40 ℃；

抑制器电流：88 mA。

检测时间：30 min。

标准工作曲线制作

按照离子色谱分析条件对系列标准工作溶液（4.11）进行离子色谱测定，保留时间定性，外标法定量。根据标准工作溶液各离子的响应峰面积为纵坐标，以各离子浓度为横坐标，绘制各离子标准工作曲线，线性相关系数R2＞0.99。标准工作溶液和典型样品溶液的离子色谱图参见附录A。

样品测试

按照离子色谱分析条件（6.3）测定样品溶液（6.2），每个样品重复测定两次，每批样品做一组空白。

1. 结果的计算与表述

试样中钠、钾、镁、钙的含量（*x*）由式（1）计算得出：

…………………（1）

式中：

*x*——试样中钠、钾、镁、钙的含量，单位以百分比（%）表示；

*C*——试样中钠、钾、镁、钙离子浓度测定值，单位为毫克每升（mg/L）；

*C0*——空白试样中钠、钾、镁、钙离子浓度测定值，单位为毫克每升（mg/L）；

*V*——提取液体积，单位为升（mL）；

*m*——试样质量，单位为克（g）；

*ω*——试样水分的质量分数，单位以百分比（%）表示；

*Z*——提取液稀释倍数；

取两次平行测定结果的算术平均值为样品测试结果，精确至0.01 %。平行测定结果之间的相对平均偏差不大于10 %。

1. 精密度和回收率

本方法的精密度和加标回收率结果见表2。

表2 方法的精密度和回收率

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 化合物 | 精密度（%） | | 回收率（%） | | |
| 日内重复性 | 日间重复性 | 低浓度 | 中浓度 | 高浓度 |
| 钠 | 4.42 | 4.83 | 102.0 | 96.5 | 97.2 |
| 钾 | 1.33 | 2.29 | 100.2 | 96.0 | 102.2 |
| 镁 | 4.74 | 4.24 | 99.4 | 99.0 | 102.9 |
| 钙 | 2.43 | 2.37 | 96.5 | 103.2 | 102.1 |

1. （资料性附录）  
   标准溶液和典型样品的离子色谱图参见附录A
   1. 标准工作溶液离子色谱示例图

标准工作溶液离子色谱图如图A.1所示。

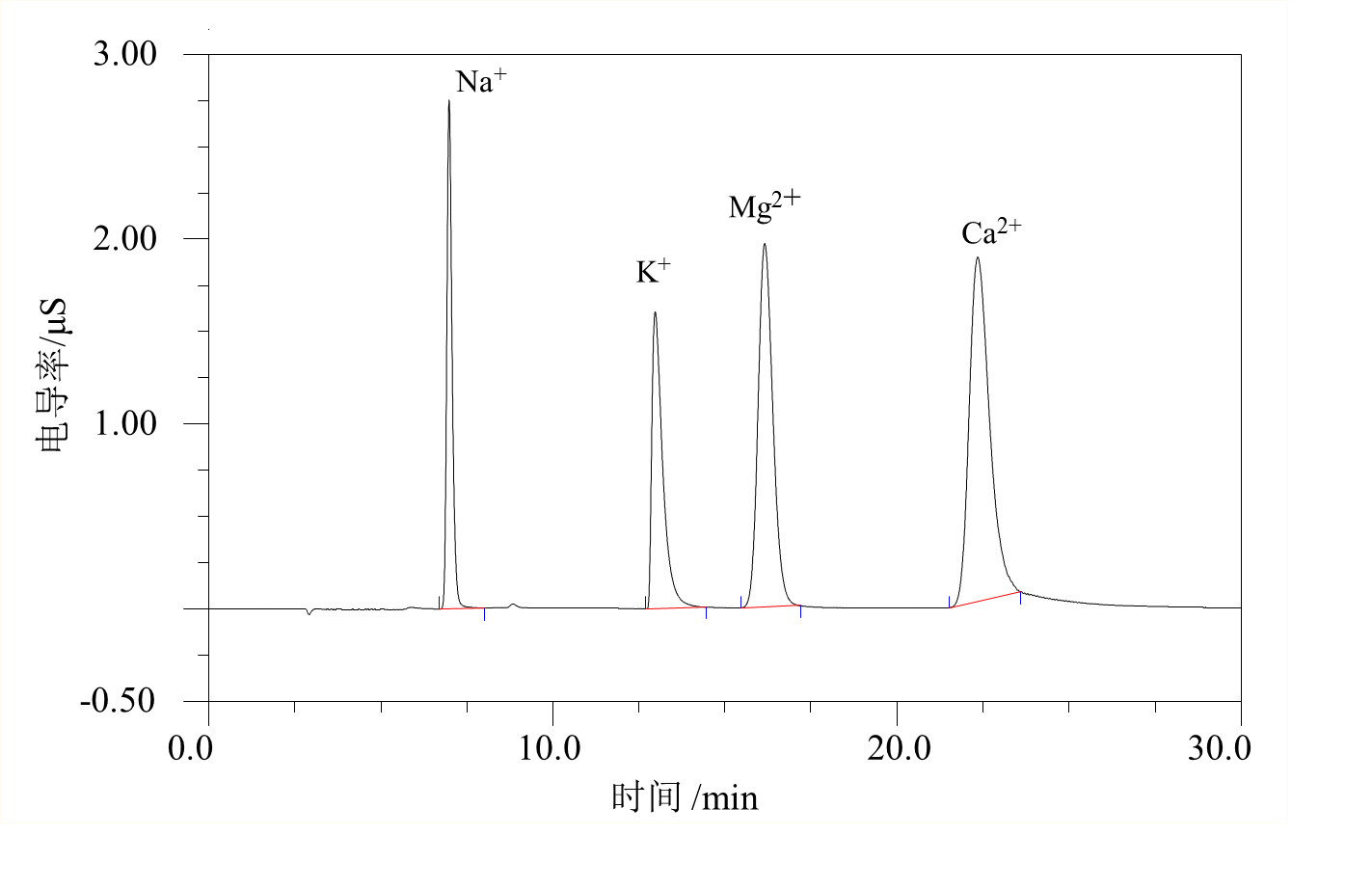


图 A.1 标准溶液离子色谱图

* 1. 典型样品离子色谱图示例图

典型样品离子色谱图如图A.2所示。

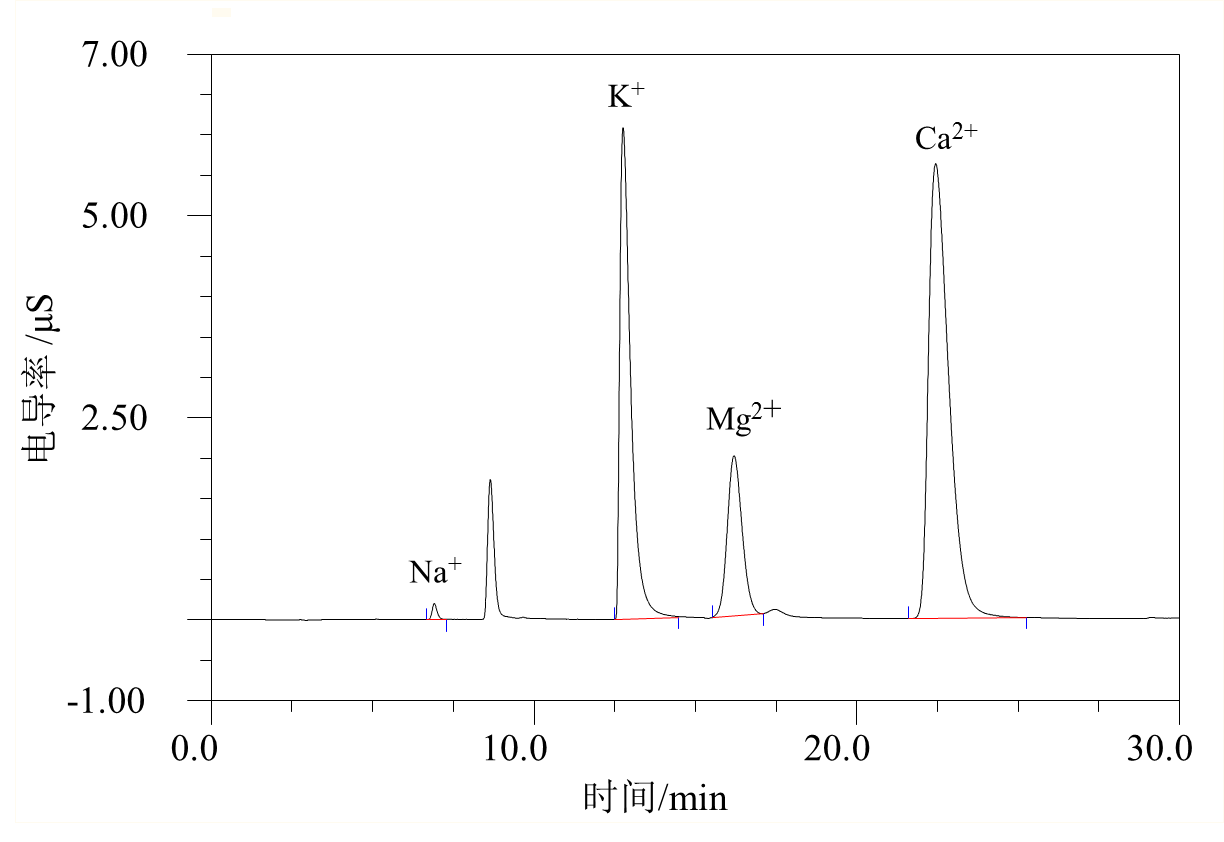


图 A.2 典型样品离子色谱图

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_