

附录 A  
(资料性附录)  
重复性和再现性试验数据

1993 年按照本方法,17 个实验室对两个烟碱样品进行了国际合作共同研究。重复性和再现性试验数据见表 A.1。

表 A.1 重复性和再现性试验数据

烟碱样品	烟碱平均纯度/%	重复性限 $r$	再现性限 $R$
纯烟碱(>99%)	99.8	2.2	3.8
烟碱(降解后)	96.7	1.6	3.2

YC/T 247—2008/ISO 13276:1997

ICS 65.160  
X 87  
备案号:23586—2008

YC

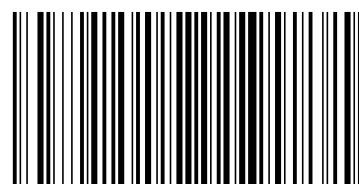
# 中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 247—2008/ISO 13276:1997

## 烟草及烟草制品 烟碱纯度的测定 硅钨酸重量法

Tobacco and tobacco products—Determination of nicotine purity—  
Gravimetric method using tungstosilicic acid

(ISO 13276:1997, IDT)



YC/T 247-2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·2-18745

定价: 10.00 元

2008-04-14 发布

2008-04-14 实施

国家烟草专卖局 发布

$c$ ——因子(玻璃烧结坩埚过滤, $c=0.1012$ ;滤纸过滤, $c=0.1141$ );

$m$ ——烟碱试样的质量,单位为毫克(mg)。

本方法用于测定烟碱盐的纯度时,烟碱的质量  $m$  由烟碱盐的质量  $m_s$  [单位为毫克(mg)]按式(2)计算:

$$m = m_s \times \frac{162.2}{M_s} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

162.2——烟碱的相对分子质量;

$M_s$ ——烟碱盐的相对分子质量。

结果以 5 次测试的平均值表示,精确至 0.1%。

## 7 重复性和再现性

本方法精密度的共同试验研究结果参见附录 A。

## 8 测试报告

测试报告应说明使用的方法和得到的结果,还应包括本标准未规定的或选择性的条件,以及可能影响结果的其他条件。测试报告应包括样品的唯一性资料。

中华人民共和国烟草  
行业 标准  
烟草及烟草制品 烟碱纯度的测定  
硅钨酸重量法

YC/T 247—2008/ISO 13276:1997

\*

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 0.5 字数 7 千字

2008 年 5 月第一版 2008 年 5 月第一次印刷

\*

书号:155066·2-18745 定价 10.00 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

## 5 操作步骤

### 5.1 沉淀

分别称取 5 份约 0.1 g 烟碱(或当量的烟碱盐),精确至 0.000 1 g,记作  $m$ 。分别置于 5 个 250 mL 配有玻璃棒(4.4)的烧杯(4.2)中。在各烧杯中分别加入 100 mL 水后,再加入 2 mL 盐酸溶液 A(3.2),使用玻璃棒(4.4)不断搅拌。

在各烧杯中缓慢加入 15 mL 硅钨酸溶液(3.1),在加入的过程中不断搅拌。在烧杯上盖上表面皿(4.3),且将玻璃棒留置在烧杯中,静置过夜。过滤前,搅拌沉淀物以确保其快速沉降并呈晶状。加入过量的几滴硅钨酸溶液检查是否沉淀完全。

### 5.2 过滤

过滤可按照 5.2.1 或 5.2.2 的规定进行。

#### 5.2.1 玻璃烧结坩埚过滤

玻璃烧结坩埚(4.6.1)在使用前,应置于烘箱(4.6.4)中在 120℃ 条件下干燥,直至质量恒定至  $\pm 1$  mg。干燥后的玻璃烧结坩埚应存放于干燥器(4.5)中。

称量玻璃烧结坩埚,记作  $m_1$ ,精确至 0.000 1 g。用抽滤瓶(4.6.2)和真空泵(4.6.3)对沉淀物在玻璃烧结坩埚上直接进行过滤。使用盐酸溶液 B(3.3)冲洗烧杯壁和玻璃棒,冲洗 3 次,每次约 15 mL,以确保全部沉淀物转移到玻璃烧结坩埚中,弃去滤液。

沉淀物再用盐酸溶液 B(3.3)洗涤(可能需要 400 mL 以上),收集滤液并滴加几滴烟碱溶液(3.4)检验硅钨酸是否已被完全洗去,即不应产生乳白色浑浊。

把附有沉淀物的玻璃烧结坩埚置于烘箱(4.6.4)中,在 120℃ 条件下干燥 3 h。取出玻璃烧结坩埚,在干燥器(4.5)中冷却至室温后,称量,精确至 0.000 1 g。将其重新放置烘箱中干燥 1 h,取出后在干燥器中冷却至室温后,再称量,重复操作,直至质量恒定至  $\pm 1$  mg,记作  $m_2$ 。

#### 5.2.2 滤纸过滤

使用无灰滤纸(4.7.1)过滤沉淀物。使用盐酸溶液 B(3.3)冲洗烧杯壁和玻璃棒,冲洗 3 次,每次约 15 mL,以确保全部沉淀物转移到滤纸上,弃去滤液。

沉淀物用盐酸溶液 B(3.3)洗涤(可能需要 400 mL 以上),收集滤液并滴加几滴烟碱溶液(3.4)检验硅钨酸是否已被完全洗去,即不应产生乳白色浑浊。

使用本生灯(4.7.3)或马弗炉(4.7.4)在 600℃ 条件下对坩埚(4.7.2)进行干燥,直至质量恒定至  $\pm 1$  mg。干燥后的坩埚应存放于干燥器(4.5)中。

称量坩埚(4.7.2),精确至 0.000 1 g,记作  $m_1$ 。把附有沉淀物的滤纸转移至坩埚中。将坩埚放置在石英三脚架上,使用本生灯在起始时候缓慢加热,然后点燃。坩埚内物质应确保被灰化完全。最终残留物应是绿/黄色。将坩埚转移至干燥器(4.5)中冷却至室温,称量,精确至 0.000 1 g,记作  $m_2$ 。重复加热过程,直至质量恒定至  $\pm 1$  mg。

注:在滤纸点燃后,也可将坩埚转移至马弗炉(4.7.4)中,在不低于 600℃ 条件下加热过夜。这样可以避免为达到质量恒定而进行的重复加热。

## 6 结果的计算与表述

烟碱或烟碱盐的纯度以质量分数  $w$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(m_2 - m_1) \times c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_2$ ——干燥(5.2.1)或煅烧(5.2.2)后坩埚和沉淀物的质量,单位为毫克(mg);

$m_1$ ——干燥后空坩埚的质量,单位为毫克(mg);

## 前 言

本标准等同采用 ISO 13276:1997《烟草及烟草制品 烟碱纯度的测定 硅钨酸重量法》(英文版)。

为便于使用,对于 ISO 13276:1997 本标准做了下列编辑性修改:

——删除 ISO 13276:1997 的前言;

——删除 ISO 13276:1997 的参考文献;

——增加附录 A“重复性和再现性试验数据”。

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:中国烟草标准化研究中心。

本标准主要起草人:李栋、胡启秀、龙军、邓发达、李力、蒋锦锋、唐纲岭。