



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21135—2007

---

## 烟草及烟草制品 空气中气相 烟碱的测定 气相色谱法

Tobacco and tobacco products—Determination of vapour-phase nicotine in air—  
Gas-chromatographic method

(ISO 11454:1997, MOD)

2007-10-16 发布

2008-01-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准修改采用 ISO 11454:1997《烟草和烟草制品 空气中气相烟碱的测定 气相色谱法》(英文版)。

考虑到我国国情,与 ISO 11454:1997 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 A 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准与 ISO 11454:1997 相比,做了下列的修改:

——删除 ISO 11454:1997 的前言;

——删除了 ISO 11454:1997 的简介;

——在第 2 章中删去了 ISO 648:1977、ISO 1042:1983、ISO 13276:1997,引用了 GB/T 12806—1991、GB/T 12808—1991 和 YC/T 34—1996;

——在 5.10 中增加了氮气作为载气使用;

——在 7.1 样品采集中增加了采集平行样品的规定;

——在 7.3 中增加了注 5“用氮气作载气时流速略大”,原注 5、注 6 依次顺延为注 6、注 7;

——在 8.3 中大气压的单位由“毫巴”改为国际单位“帕”;

——增加了附录 A“本标准与 ISO 11454:1997 的对照”。

自本标准实施之日起 YC/T 155—2001《烟草和烟草制品 空气中气相烟碱的测定 气相色谱法》废止。

本标准的附录 A 是资料性附录。

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:全国烟草质量监督检验中心、郑州烟草研究院。

本标准主要起草人:刘彤、谢复炜、王芳、李荣、杨进、胡清源。

# 烟草及烟草制品 空气中气相 烟碱的测定 气相色谱法

## 1 范围

本标准规定了测定环境空气中气相烟碱的方法。

本标准适用于烟草及烟草制品。

注1: 如果使用此方法测定来源于烟气的烟碱,应认识到空气中存在的烟碱只能作为是否发生吸烟行为的定性示踪物。研究表明,不能由烟碱的含量定量推出其他烟气成分。有关使用限制和应用范围的内容,参见附录 A 和参考文献[1]。

## 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 12806—1991 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(eqv ISO 1042:1983)

GB/T 12808—1991 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(eqv ISO 648:1977)

YC/T 34—1996 烟草及烟草制品 总植物碱的测定 光度法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**气相烟碱 vapour-phase nicotine**

未附着在烟气粒相物质上的烟碱。

### 3.2

**环境空气 ambient air**

特定的室内或室外环境中包含的空气。

## 4 原理

通过装有专用树脂的样品吸收管,以大约 1 L/min 的速度抽吸已知的一定体积的空气。将树脂转移到一个玻璃瓶中,加入内标物。将烟碱和内标物溶解在溶剂中。用装有热离子检测器的气相色谱仪检测。

## 5 试剂

所有试剂均应为分析纯级。

所有容量瓶和移液管都应分别符合 GB/T 12806—1991 中 A 级和 GB/T 12808—1991 中 A 级规定要求。

5.1 乙酸乙酯:色谱纯。

5.2 三乙胺:纯度不低于 99%,用于调节乙酸乙酯溶剂。

5.3 烟碱:纯度不低于 99%。使用前,在 0℃~4℃ 下避光保存,其含量应按 YC/T 34—1996 中附录部分的要求测定。

5.4 喹啉:纯度不低于99%,用作内标物。

5.5 吸收树脂:是由苯乙烯与二乙烯基苯交联共聚形成的微球树脂,比表面积大约725 m<sup>2</sup>/g。

5.6 萃取溶剂:用于从吸收树脂(5.5)上解吸烟碱。制备含有0.01%(体积分数)三乙胺(5.2)的乙酸乙酯(5.1)溶液。

5.7 烟碱标准溶液

5.7.1 一级标准溶液

准确称量100 mg左右的烟碱(5.3),转移到100 mL的容量瓶中,用萃取溶剂(5.6)稀释至刻度。

5.7.2 二级标准溶液

将1 mL一级标准溶液(5.7.1)移入100 mL容量瓶中,用萃取溶剂(5.6)稀释至刻度。

5.8 喹啉标准溶液

5.8.1 一级标准溶液

准确称量100 mg左右的喹啉(5.4),转移到100 mL容量瓶中,用萃取溶剂(5.6)稀释至刻度。

5.8.2 二级标准溶液

将10.0 mL一级标准溶液(5.8.1)移入100 mL容量瓶中,用萃取溶剂(5.6)稀释至刻度。

5.9 校准溶液

至少准备两组校准溶液,每组包括五个标准校准溶液,以覆盖测试样品的预计浓度范围,将一定量的烟碱二级标准溶液(5.7.2),例如10 μL、20 μL、50 μL、100 μL和200 μL加至五个2 mL的色谱瓶(6.4)中(每个色谱瓶含有烟碱0.1 μg~2.0 μg)。加入50 μL的喹啉二级标准溶液(5.8.2)和1 mL的萃取溶剂(5.6)至每一个容器中。加盖摇匀。

注2:如果在测试溶液中烟碱/喹啉的比率不变,色谱瓶中的溶液体积是否准确和同一烟碱浓度配制两份溶液的体积是否相同并不重要。

5.10 气体

操作气相色谱使用的气体是氦气或氮气、氢气和压缩空气。

## 6 仪器

实验室常用仪器及以下各项:

6.1 抽样泵:校准后的空气流速为1 L/min。

6.2 玻璃样品吸收管:两端火封,7 cm×6 mm(外径),4 mm(内径),装有两部分20目和40目的吸收树脂,中间用玻璃纤维隔开,两端用玻璃纤维堵上。

6.3 气相色谱仪:具有程序升温功能,热离子检测器(见注3),数字积分仪和自动进样器(任选的)。

推荐的毛细管柱如下:

a) 30 m×0.32 mm(内径)毛细管柱,涂覆1.0 μm的5%聚苯基甲基硅氧烷膜(首选);或

b) 30 m×0.53 mm(内径)毛细管柱,涂覆1.5 μm的5%聚苯基甲基硅氧烷膜。

上述柱子需有进行柱上进样或有分流/不分流的毛细管进样口。而且,b)柱能用于填充柱进样口。

注3:热离子检测器是一种专用气相色谱检测器,基于选择性表面增强离子化作用,它对某些化学物质表现出很强的选择性/灵敏度。也称为“碱火焰离子化”检测器和“氮磷”检测器。

6.4 玻璃样品管:容积为2 mL的硅硼玻璃容器,配有聚四氟乙烯(PTFE)覆膜的盖子(例如,自动进样器的色谱瓶)。

6.5 分析天平:感量0.001 g。

6.6 单刻度移液管:规格为1 mL和10 mL。

6.7 容量瓶:规格为100 mL。

6.8 微量移液管:规格为5 μL、10 μL、20 μL和50 μL,或微量加样器,规格为5 μL~200 μL。

6.9 机械振荡器:能达到100%的萃取效率(见7.5)。

## 7 分析步骤

### 7.1 样品采集

打开树脂吸收管(6.2)的两端,保证打开部分的直径至少是管内径的一半以上。将吸收管前端对待测空气进行采集,将吸收管后端用管子接在采样泵(6.1)上。调整泵采样速度在0.5 L/min和1.25 L/min之间,按所需的时间采集空气样品。记录所设的泵采样速度和采样时间,以便计算采集样品体积 $V$ (8.2)。平行采集两份以上样品。

注4:建议采样时间不少于1 h。但是,在烟气量较大的环境采样时,容易发生“渗漏”现象(见8.1),建议平行样品采取措,降低采样速度或缩短采样时间,防止超过采样管树脂容量,使采样无效。

如果所测浓度需要换算成标准温度和压力(见8.3)下的浓度,记录采样时的温度和压力的平均值。

样品采集完后,如果不是立即进行检测,用塑料塞子将样品吸收管塞住。室温下避光保存不能超过两星期,或保存于冰箱中;建议采用后者。若保存于冰箱中,样品至少可保存四星期。

### 7.2 样品制备和试样

#### 7.2.1 测试样品

将每一个样品的玻璃纤维和吸收树脂从吸收管前端(6.2)取出转移到一个2 mL的色谱瓶(6.4)中。将吸收管后端的玻璃纤维和树脂转移到另一个色谱瓶中。采样管中部的玻璃纤维不取出。在每一个色谱瓶中加入50  $\mu$ L的二级喹啉标准溶液(5.8.2)和1 mL萃取溶剂(5.6)。塞上塞子振荡30 min。

#### 7.2.2 空白

和样品同时进行,取三个未打开的吸收管,将其两端打开,取出两端的玻璃纤维和树脂分别放入色谱瓶中,管中部的玻璃纤维不取,加入二级内标溶液和萃取溶剂按7.2.1所述进行操作。

### 7.3 气相色谱仪

按照仪器使用说明书对气相色谱仪进行操作。较合适的色谱条件如下:

氮载气流速:柱a)(6.3)约2 mL/min或柱头压83 kPa;

柱b)(6.3)约15 mL/min或柱头压103 kPa。

注5:用氮气作载气时流速略大。

初始炉温(时间):150 $^{\circ}$ C(0 min)。

程序升温速度:5 $^{\circ}$ C/min升至180 $^{\circ}$ C。

进样口温度:250 $^{\circ}$ C。

进样体积:1  $\mu$ L~2  $\mu$ L。

进样方式:a) 分流进样(分流比约为10:1);

b) 直接进样或柱上进样。

检测器温度:300 $^{\circ}$ C。

检测器灵敏度:0.1  $\mu$ g/mL标准校准溶液测烟碱的信噪比大于50。

分析时间约为6 min。

注6:给出压力作为通过测定柱头压设置流速时用。

注7:不分流进样的方法,参见参考文献[6]。

### 7.4 测定

用气相色谱测定一系列标准校准溶液和样品,及另一系列校准溶液,得到喹啉和烟碱的积分峰面积。计算每一个烟碱/喹啉峰面积比。分析所有给定浓度的校准溶液,计算平均值,用峰面积比率作纵轴、微克计的烟碱作横轴建立校准曲线。对校正数据进行线性回归或最小二乘法(哪种方式更合适于所有仪器即用哪种,期望 $R^2 > 0.990$ )。从烟碱/喹啉峰面积比率计算每一个样品中的烟碱含量。

### 7.5 萃取效率的测定

取20个未用过的样品吸收管,将两端打开,将前端的玻璃纤维和树脂取出放入2 mL的色谱瓶

(6.4)中。在五个色谱瓶中加入 10 μL 烟碱二级标准溶液(5.7.2),五个色谱瓶中加入 20 μL,五个色谱瓶中加入 50 μL,剩余五个用作空白。盖上塞子,将所有色谱瓶与测试样品以相同方式保存。

在所有色谱瓶中加入 50 μL 二级喹啉标准溶液(5.8.2)和 1 mL 萃取溶剂(5.6),分析样品和空白的烟碱,按 7.4 测定样品。

不同浓度的样品的烟碱萃取效率 DE 按式(1)给出:

$$DE = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——样品中所检测到的烟碱平均质量,单位为微克(μg);

$m_2$ ——空白中的烟碱平均质量,单位为微克(μg);

$m_3$ ——加入样品中的烟碱平均质量,单位为微克(μg)。

通过方差分析或  $t$  检验来确定是否三种浓度样品( $P < 0.05$ )的 DE 值不同。如果 DE 值不同,以 DE 值对所加入的烟碱质量作图。使用此图可得到 DE 值,用于计算空气样品(见 8.1)中的烟碱质量。当用合并结果进行  $t$  检验后,如果三种浓度的 DE 值相同但不是 100%,将合并算术平均值作为 DE 值。

至少重复测定两次,直到取得一致的结果( $t$  检验, $P$  不小于 0.05)。

## 8 结果的表示

### 8.1 计算样品中烟碱的总质量

样品中烟碱总质量  $m$ ,以微克计,按式(2)计算:

$$m = \frac{(m_4 - m_5) + (m_6 - m_7)}{DE} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_4$ ——样品吸收管前端的树脂中所含的烟碱质量,单位为微克(μg);

$m_5$ ——所有空白管(7.2 中所述)前端所含的烟碱平均质量,单位为微克(μg);

$m_6$ ——样品吸收管后端的树脂中所含的烟碱质量,单位为微克(μg);

$m_7$ ——所有空白管(7.2 中所述)后端所含的烟碱平均质量,单位为微克(μg);

DE——按 7.5 测定的萃取效率。

如果样品管后端采集的烟碱数量超过总量的 5%,则说明发生了渗漏,整个样品视作无效。在这种情况下,应降低采样速度或缩短采样时间重新采集样品,或者两种措施同时采用,以达到不超过样品吸收管树脂容量的目的。

### 8.2 计算空气中烟碱含量

采集的空气中的烟碱含量  $c$ ,以微克/立方米计,按式(3)计算:

$$c = \frac{m \times 1\,000}{V} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$m$ ——样品中烟碱总质量,单位为微克(μg);

$V$ ——采集样品体积,单位为升(L);

1 000——是将升转换为立方米的转换系数。

### 8.3 计算转换为标准温度、压力条件时的空气中烟碱的含量

如果想要或因为泵的特性的需要,将样品烟碱含量换算为标准温度、压力条件下的含量  $c_{标准}$ ,以微克/立方米计,按式(4)计算:

$$c_{\text{标准}} = c \times \frac{1.013 \times 10^5}{p} \times \frac{(t_1 + 273)}{298} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$c$ ——按 8.2 得到的烟碱含量,单位为微克每立方米( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ );

$p$ ——采集样品时的大气压,单位为帕(Pa);

$t_1$ ——采集样品时的温度,单位为摄氏度( $^{\circ}\text{C}$ );

$1.013 \times 10^5$ ——标准压力的约整数,单位为帕(Pa);

298——标准温度的约整数,单位为开尔文(K)。

## 9 精密度

1991 年,七个实验室参与对六个样品进行了共同研究试验(见参考文献[5]),得到表 1 中的重复性( $r$ )和再现性( $R$ )的极限值。

表 1 重复性( $r$ )和再现性( $R$ )的极限值

烟碱平均浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	重复性极限值 $r$	再现性极限值 $R$
4.0	0.5	1.3
13.2	2.4	2.8
34.7	4.0	5.8

## 10 可能存在的干扰

在发生吸烟行为的环境空气中,虽然含有约为烟碱浓度的 1% 的喹啉,但在大多数的环境中使用本方法,以喹啉作内标(IS)是合适的。在实地试验中,所采集的空气中通常有  $0 \mu\text{g} \sim 2 \mu\text{g}$  的烟碱存在于吸收树脂上。样品浓度在此范围内时,收集在树脂上的喹啉质量在检测限之下,对作为内标加入的  $5 \mu\text{g}$  喹啉不产生干扰。

如果本方法用于所采集的烟碱含量很大的情况下( $>10 \mu\text{g}$ ),应对其进行修改。建议作如下修改:

- 降低采样速度或缩短采样时间;
- 将吸收树脂放入较大体积的溶剂中萃取,将规定数量的内标加入到 1 mL 的萃取液中;
- 增加内标喹啉的量;
- 用 *N*-乙基降烟碱作内标(见参考文献[3])。

## 11 试验报告

试验报告应给出每立方米空气中烟碱的含量,应包括所有影响结果的条件(例如:空气条件、采样时间和采样速度)。还应给出确认试验空气所需的所有细节。

附 录 A  
(资料性附录)

本标准与 ISO 11454:1997 的对照

表 A.1 给出了本标准与 ISO 11454:1997 的技术性差异及其原因的一览表。

表 A.1 本标准与 ISO 11454:1997 的技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技术性差异	原 因
2	引用了规范性文件： GB/T 12806—1991《实验室玻璃仪器 单标线容量瓶》； GB/T 12808—1991《实验室玻璃仪器 单标线吸量管》； YC/T 34—1996《烟草及烟草制品 总植物碱的测定 光度法》。	引用我国制定和经国际标准转化的标准，适合我国国情，便于对标准的理解和执行。
5.5	删去了注 1)。	与本标准无直接关系。
5.10	增加了氮气作为载气使用。	使用氮磷检测器时氮气也可用作载气。
6.2	删去了注 2)。	与本标准无直接关系。
7.1	增加了采集平行样品的规定。	结合标准执行中的实际操作，方便试验和测试。
7.3	增加了注 5“用氮气作载气时流速略大”，原注 5、注 6 依次顺延为注 6、注 7。	结合标准执行中的实际操作，方便试验和测试。
8.3	大气压的单位由“毫巴”改为国际单位“帕”。	根据 GB/T 1.1 的标准编写规定应采用压力的国际单位。



## 参 考 文 献

- [1] CORESTA Recommended Method №14—Determination of nicotine in ambient air by gas chromatographic analysis (September 1993).
  - [2] Manual of Analytical Methods; National Institute for Occupational Safety and Health; Cincinnati, Ohio, USA, 1977, Part 11, Vol. 3; Method No S293.
  - [3] M W Ogden, L. W. Eudy, D L Heavner, F W Conrad, Jr. and C R Green, "Improved Gas Chromatographic Determination of Nicotine in Environmental Tobacco Smoke". *Analyst*, September 1989, Vol. 114, pp 1005-1008.
  - [4] M W Ogden, "Gas Chromatographic Determination of Nicotine in Environmental Tobacco Smoke; Collaborative Study", *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, November/December 1989, Vol. 72, pp 1002-1006.
  - [5] M W Ogden, "Equivalency of Gas Chromatograph<sup>5c</sup> Conditions in Determination of Nicotine in Environmental Tobacco Smoke; Minicollaborative Study", *J. Assoc. Off. Anal. Chem. Int.*, 1992, Vol. 75, No 4, pp 729-733.
  - [6] M W Ogden, "Use of Capillary Chromatography in the Analysis of Environmental Tobacco Smoke", In *Capillary Chromatography—The Applications*, W G Jennings and J G Nikelly, Eds., Hüthig Buch Verlag, Heidelberg, 1991, pp 67-82.
  - [7] L W Eudy, F A Thome, D L Heavner, C R Green and B 3 Ingebretsen, "Studies on the Vapor-Particulate Phase Distribution of Environmental Nicotine by Selective Trapping and Detection Methods", *Proceedings of the 79th Annual Meeting of the Air Pollution Control Association*, Air Pollution Control Association, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 1986, Paper 86-38.7.
  - [8] D J Eatough, C L Benner, J M Bayona, F M Caka, H. Tang, L. Lewis, 3. D. Lamb, M L Lee, E A Lewis and L D Hansen, "Sampling for Gas Phase Nicotine in Environmental Tobacco Smoke With a Diffusion Denuder and a Passive Sampler", *Proceedings of the 1987 EPA/APCA Symposium on Measurement of Toxic Related Air Pollutants*, Air Pollution Control Association, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 1987, pp 132-139.
  - [9] P R Nelson, D L Heavner, B B Collie, K C Maiolo and M W Ogden, "Effect of Ventilation and Sampling Time on Environmental Tobacco Smoke Component Ratios" *Environ. Sci. Technol.*, 1992, Vol. 26, pp 1909-1915.
  - [10] M R Guerin, R A Jenkins and B A Tomkins, *The Chemistry of Environmental Tobacco Smoke; Composition and Measurement*, Lewis Publishers, Chelsea, Michigan, USA, 1992.
-