

烟草烟气分析标准方法

K·罗森韦尔 C·A·格兰特 主编

洪伟雄译 叶淑伦校

轻工业出版社

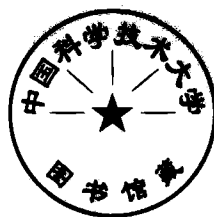


烟草烟气分析标准方法

K. 罗森韦尔 主编
C.A. 格兰特

洪伟雄 译

叶淑伦 校



轻工业出版社

内 容 提 要

本书共分十三章,介绍烟草烟气分析标准方法,叙述了卷烟的分类、取样和拣选方法;为测试分析所采用的吸烟方法; T.P.M.,生物碱,一氧化碳,丙烯醛,酚类化合物和氮氧化物等十余种项目的测试分析方法。

本书可供烟厂分析检验人员及有关人员参考。

Standard Methods for the analysis of tobacco smoke

Compiled and edited by K.Rothwell and C.A. Grant

Research paper 11, 2nd edition

Tobacco Research Council, London 1974

烟草烟气分析标准方法

K.罗森韦尔 主编
C.A.格兰特

洪伟雄译 叶淑伦 校

*

轻工业出版社出版

(北京阜成路3号)

轻工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

各地新华书店经售

*

787×1092毫米1/32印张 38/32 字数 67千字

1984年4月 第一版第一次印刷

印数: 1—2,500 定价: 0.40元

统一书号: 15042·1838

译者的话

本书介绍了烟草烟气分析标准方法，共分十三章，叙述了卷烟分类、取样和拣选方法；为测试分析所采用的吸烟方法，T.P.M.，生物碱（尼古丁），一氧化碳，丙烯醛，酚类化合物和氮氧化物等十余种项目的测试分析方法。

目前，吸烟对健康的影响已受到国内外各界人士的极大关注。烟草部门正在逐步加强烟草烟气的测试分析工作，本书译本的出版将会对各烟厂分析检验人员提供一些帮助。但由于译者能力和水平所限，翻译过程中可能存在不少问题，望读者批评指正。

译者 1982年9月

前 言

近年来，特别是在选择性过滤被承认之后，烟草烟气分析受到极大注意。虽然看起来这是一个较简单的化学方法，但对存在于烟草烟气（例如一支卷烟的一口吸烟产生的烟气）中的微量化合物进行半微量和微量分析技术这一课题还存在许多问题。主要是由于遍及被分析烟草制品中不同烟草组分的不均匀分布和物理因素，如外包纸孔隙度、烟草填充密度、水含量、以及燃烧过程的分步特性。在燃烧过程中，大量空气以一很短的时间间隔被抽入燃烧烟草的柱管中，继之以较长时间的静止闷燃，因此，烟草所受到的加热状况部分地由吸烟机空气流压力降特性曲线控制。后一因素可因被测试样品不同而改变，例如过滤嘴的压力降（抽吸阻力）或插入在吸烟机和被抽吸制品之间的吸烟冷阱型式不同。烟草制品在吸烟间隔期间的闷燃方式也受烟嘴末端仍旧接在吸烟机上（“限制性抽吸”）或自由暴露于大气（“自由抽吸”）的影响。

近15年来，许多烟草公司实验室的化学家和物理学家们曾力图发现哪些因素能控制烟草烟气的化学成分，经过深入细致的研究，揭示了许多复杂的因素。

1962年，当他们承担了制定烟草烟气分析标准方法的任务后，烟草研究委员会所属各公司分享了这一资料，化学研究组（现名为化学分委员会）负责协调工作。该组织代表所

有成员公司，每个公司负责研究指定的分析方法，然后由所有实验室核对并根据综合意见进行修改。因此，汇编入本书中的方法都能经受住考验。但必须承认，一切方法都可改进，因此，现行方法以活页形式装订，以便根据需要 will 将单项方法修订本合并。

这些方法的研制和检验是一项很费时的工作，它已长期地占用了各成员公司的分析实验设备。在此仅对化学分委员会各成员公司提供的大力合作和帮助表示极大的感谢。

目 录

第 一 章	分析用卷烟的分类、取样和选择·····	(1)
第 二 章	吸烟和冷凝物的收集·····	(5)
第 三 章	总颗粒物和干总颗粒物、生物碱(以尼古丁计), 可凝汽相和干可凝汽相, 尼古丁, 生物碱的自动分析·····	(11)
一、	总则·····	(11)
二、	T.P.M. 和 C.V.P.	(16)
三、	生物碱(以尼古丁计)	(20)
四、	C.V.P. [接二(一)]	(22)
五、	尼古丁·····	(23)
六、	生物碱的自动分析·····	(27)
第 四 章	中性组分和非挥发性总烟气冷凝物·····	(34)
一、	中性组分·····	(34)
二、	非挥发性总烟气冷凝物·····	(37)
第 五 章	总挥发性脂肪醛·····	(41)
第 六 章	丙烯醛·····	(46)
第 七 章	总蒸汽-挥发酸·····	(50)
第 八 章	氰化氢·····	(54)
第 九 章	蒸汽-挥发酚类·····	(58)
第 十 章	单项蒸汽-挥发酚·····	(63)
第十一章	一氧化碳·····	(67)

第十二章	氮氧化物.....	(71)
第十三章	乙腈.....	(75)
附 录		(78)
附录一	卷烟统计取样要点.....	(78)
附录二	图.....	(83)
附录三	烟蒂长度.....	(93)

第一章 分析用卷烟的分类、 取样和选择

（一）原理

正规测试时，进行分析用的卷烟样品需经过调节。分析前对卷烟进行拣选可改进分析精密度；但有时亦可能引入一些偏差。

（二）、（三）范围和适用性

对卷烟烟气可进行各种分析。除醛类和丙烯醛的测定外，这些方法也适用于雪茄烟气的分析，因为雪茄烟气中醛类和丙烯醛的测定受到干扰。本书中除特别说明外，“卷烟”一词也包括雪茄。

（四）仪器

有空调的房间——该房间保持在相对湿度 60% 和温度 21°C (70°F)。下述装置虽不十分理想，但也可达到上面的要求，即采用一个密闭的大玻璃缸，内装一盛有过饱和溴化钠水溶液的盘子，并有快速循环的空气流经盘上方。

天平——千分之一单盘天平或自动称重机。

“Filtrona”压力降测试器——卷烟部件有限公司 (Cigarette Components Limited) 制造。

（五）注意事项

具有撕裂或其他明显破损的卷烟应剔除掉，但如果由于卷烟烟纸上有小针孔，烟纸粘接处有小裂隙或其他小缺陷而

被剔除，则可能引起偏差，因为对于一般吸烟者来说是不会扔掉这些卷烟的。进行工作时要小心注意，避免卷烟破损或掉丝。

（六）分类

进行烟气分析，卷烟按其长度分类，如有过滤嘴，过滤嘴长度也计算在内，75.0mm以下，包括75.0mm的卷烟分为一类；75.0mm以上的卷烟为另一类。

制造厂有他们自己的卷烟分类法，上面的分类法不一定与烟厂使用的分类法相同。

目前，雪茄没有统一的分类法。

方 法

（七）取样

对于大批量卷烟（即取自工厂或商店的商品卷烟）样品，按照附录一设计的取样方案取样。

对于小批量卷烟（即50,000支以下的批量试验卷烟），可从总体的随机*选择部分中取若干子样品。如卷烟不进行拣选，这些子样品够一次吸烟用即可；如需进行拣选（即在重量和抽吸阻力方面），则每个子样品的卷烟数量要足够多，以使拣选出的卷烟数量够一次吸烟用。

所需子样品的数量根据吸烟通道总数加上一些余量而定，余量系供重复测试用。

（八）调节

把各子样品卷烟水平摊放在盘子中成单层，放在空调房间的循环气流中至少调节48小时。

* 见附录——随机选择方法。

（九）拣选

由于每支卷烟在重量和压力降两方面都各不相同，若以一次可靠的烟气分析结果代表总样品，必须取足够多数量的卷烟进行分析，得到一平均值；或是通过拣选，去掉重量和压力降过高和过低的卷烟，取较少量卷烟进行分析。拣选在一给定重量或压力降（抽吸阻力）中心值的范围内进行。对于商品卷烟，若制造厂没有提供重量说明，则由卷烟总样品称重，用平均重量作为中心值。但对于试验卷烟，各批卷烟的平均重量常常偏离重量规格较远，应使用制造厂的规定或其他标准。经过重量拣选的卷烟进行压力降拣选时，应以该批的平均值为中心。

当需要拣选时，或是使用制造厂的重量说明；或是称量经过空调的卷烟总重量，求出每支卷烟的平均值，然后单独称量每支卷烟，保留那些重量在平均值 $\pm 20\text{mg}$ （对于丙烯醛为 $\pm 5\text{mg}$ ）范围内的卷烟。对于雪茄，可扩大到 $\pm 40\text{mg}$ 。

如果称重不在空调房间内进行，每次取出的卷烟不得多于500支，并把经过重量拣选后合格的卷烟仍存放于空调房间内。

根据制造厂的建议，使用20厘米水柱毛细管压力计，以17.5毫升/秒的标定流速安装了“Filtrona”压力降测试器。测量每支经重量拣选合格的卷烟的压力降，并将其记录在被测卷烟的表格中，计算出平均压力降并保留那些在平均值 $\pm 4\%$ 范围内的卷烟。对于雪茄，可扩大到 $\pm 10\%$ ，以保证有足够的数量用于吸烟。

将经过重量和压力降拣选合格的卷烟存放于空调房间内，吸烟时再取出。

商品卷烟经拣选后，精密度的改进不高于20%；而试验

卷烟可看出有明显的改进，但由于试验卷烟各批之间规格不同，拣选时疏忽了这些将会使结果造成偏差。

与拣选有关的统计学问题将在附录一中进一步详述。

第二章 吸烟和冷凝物的收集

（一）原理

卷烟在自动吸烟机上抽吸，用一合适的冷阱冷凝收集烟气，用于进行下一步分析。在某些情况下，也可分析滞留在过滤嘴中的冷凝物。

（二）吸烟过程

吸烟机上有许多通道可同时操作，每个通道的吸烟口可按规定的吸烟参数吸烟。冷阱接到吸烟口后面，吸烟口按所需数目放上卷烟进行抽吸，这一过程称为一次吸烟操作。

同一种牌号的卷烟需作多次抽吸时，应尽可能将卷烟分布在吸烟机的各个不同的吸烟口上，以防不同的吸烟口有差异。

由于吸烟机每次操作之间存在一些差异，故在同一次操作中，不要将同一牌号的卷烟分布在全部吸烟口上抽吸，最好将不同牌号的卷烟安放在不同的吸烟口上抽吸，这样操作精密度较高。

对多种牌号的卷烟进行比较时（即比较商品牌号时），最好的方案是在同一次操作中每种牌号的卷烟只占一个吸烟口，同种牌号重复抽吸结果的差异包括每次操作之间的差异，并可计算出正确的置信区间。

高效率吸烟方案的细节见附录一。

（三）适用性

可检测所有卷烟，该方法也适用于雪茄。

(四) 仪器

自动吸烟机——每个通道上每分钟吸一次，每次吸2秒钟，吸烟体积为35毫升的任何型号的限制性*吸烟机均可使用。可使用四通道吸烟机（如卷烟部件有限公司 Cigarette Components Ltd. Filtrona Model 100或C.M.S.系列），但20通道活塞式吸烟机（如卷烟部件有限公司 Cigarette Components Ltd. Filtrona Model 300I）对于第三章中所述的各种分析项目更为合适。吸烟机应安放在空气流动很小的房间内，20通道吸烟机最好放在装有三管式通风系统的房间内。理想的大气条件是：相对湿度55~60%，温度18~22°C。

吸烟冷阱——按各方法中之规定，选用塑料或玻璃冷阱。见附录二图示。

体积指示器（皂泡流量计）——卷烟部件有限公司 Cigarette Components Ltd.

乳胶管或密封套——（各种型号卷烟机均适用）夹持卷烟。对于雪茄，可用软硅橡胶管代替乳胶管。

电动卷烟点火器——安装在吸烟机上，或用一个12V电烙铁芯，如“Solon”25W，连接到6V电源上。

通风纱网——（不包括20通道吸烟机）带一有机玻璃盖和前罩的金属制品，上面有许多小孔，靠自然对流通风。20通道吸烟机的通风排气在本章十一中详述。

其他仪器在各自方法中介绍。

(五) 试剂

洗涤剂溶液——如10%Teepol L（阴离子表面活性剂）

* 限制性的意思是卷烟未点燃的末端在每次抽吸间歇期间不暴露于大气。

水溶液，用于体积指示器。

其他试剂在各个方法中介绍。

（六）注意事项

卷烟应标出烟蒂记号并在吸烟前一直将其存放于空调房间内。吸烟时将卷烟转移到吸烟场所的密闭铁罐中。除20通道以外其他型号的吸烟机，用通风纱网将所吸卷烟与流动空气隔离开，这不包括由吸烟引起的自然对流。体积指示器在使用时必须常常用洗涤剂冲洗，以便于洗涤剂液膜自由移动。在吸烟的全过程中吸烟机必须保持自动循环，必要时可将不使用的通道关闭。卷烟点火应平稳地进行，不要使卷烟与点火器过早接触和碳化。当切去燃烧的烟蒂时，应将所燃烧的烟草部分都切去。

其他注意事项在各个方法中介绍。

方 法

（七）～（十）介绍20通道活塞式吸烟机以外其他型号吸烟机的操作。

（十一）介绍20通道活塞式吸烟机的操作。如卷烟部件有限公司Cigarette Components Ltd. (Filtrona Model 300I) 已定为帝国烟草有限公司Imperial Tobacco Ltd. 标准型。

（七）吸烟机准备

启动吸烟机，保持自动循环，预热20分钟以上，预热时可更换安全滤膜，安装上通风纱网，并按各方法要求配接上合适的冷阱。除了测定丙烯醛（只有一个通道）的通道，其他通道各配上一个冷阱。机器预热后，核对吸烟持续时间和间隔时间。没有定时器的吸烟机，使用电子定时器带动一电

磁阀控制。调整吸烟持续时间为 2.0 ± 0.1 秒（正常情况下可达 2.00 ± 0.02 秒）。调整吸烟间隔时间以使 60 ± 0.5 秒完成一个循环，得到每分钟吸烟一次的频率。在吸烟的全过程中保持吸烟机处于自动循环状态，必要时不使用的通道可不参加循环。

（八）设定吸烟体积

使用体积指示器依次设定每个通道的吸烟体积为 35 ± 0.5 毫升，体积指示器经一阻力管连接到冷阱前边的卷烟位置处，要保证所有接头不漏气，所用阻力管的压力降大致等于卷烟压力降的平均值。

在吸烟开始前和结束时，保持吸烟机仍处于循环状态下核对吸烟体积。

（九）标出烟蒂位置

用圆珠笔在卷烟接缝处或雪茄的外包纸上标出欲留烟蒂位置细线，剔除任何在标记时偶然撕裂或破损的卷烟。见附录三。

（十）吸烟

准备好吸烟机和卷烟，连续进行抽吸，将卷烟分成四组并从每组中取出一支卷烟。将作好烟蒂标记、没有破损的卷烟末端接到冷阱上，一般使用一个直径合适的2厘米长的乳胶管折过来套住卷烟以防漏气。可以使用几种直径不同的乳胶管。但当吸雪茄时，应用软硅橡胶管代替乳胶管。将吸烟计数器调至零，启动各通道进入循环操作状态，并在吸烟机第一次吸烟时依次点燃各支卷烟。要保证第一次就平稳地点着。

当燃烧区达到烟蒂标记线时，用一把锋利的剪刀在燃烧区后面2毫米处剪断卷烟。每个通道可再吸一次，以清除烟蒂中剩余的烟气。如烟蒂标记线在吸烟时达到，则作为吸烟

总数计算。记录吸烟口数，清洗烟蒂中剩余烟气的这口吸烟不计在内。

从每个密闭铁罐中取出第二支卷烟，按上述方法吸烟，重复上述步骤，直到所需卷烟都吸入冷阱为止。

核对最后的吸烟体积，该体积应为 35 ± 0.5 毫升。然后按各个方法中的步骤继续进行分析。

记录最初和最终的吸烟体积和每个通道每支卷烟的吸烟口数，把这些数据和卷烟取样的细节填写在分析结果上。

(十一) 20通道活塞式吸烟机的全操作

启动吸烟机，设在“自动”档，循环时间定为60秒，用微动开关转换到“体积检查”档，使吸烟机保持自动循环，预热20分钟以上。此时，准备剑桥滤膜夹具（见第三章二），并在每个活塞上涂布3~5毫米粘度约为350厘沲的高真空油。

将吸烟机由“自动”调到“手动”档，并打开排风扇，调整三管系统气流调节器，排除侧流烟气，不增加卷烟的阴燃速率，使卷烟附近空气流动的线速度相当于3~4英尺/分。

将准备好的剑桥滤膜夹具安装好。

使用“测试循环”开关，将体积指示器经一阻力管（阻力管插入一个与卷烟外径相同的、3厘米长的氯丁橡胶管）接到卷烟位置处的密封套上。测量每一通道的吸烟体积。阻力管的压力降应大致等于卷烟的平均压力降。测量的同时，观察吸烟持续时间，如有必要，可调整活塞和吸烟持续时间，使各通道在2秒钟内吸烟体积为 35 ± 0.5 毫升（正常情况下可达 ± 0.2 毫升）。

在每一微动开关上系一棉线，按本章（九）中所述标记好烟蒂位置，将作好烟蒂标记的卷烟存放于密闭铁罐中，每次吸烟时由铁罐中取出，每个通道安放一支。