

中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 207—2006

卷烟条与盒包装纸中挥发性 有机化合物的测定 顶空-气相色谱法

Determination of volatile organic compounds
in cigarette carton and packet packaging papers—
Headspace-gas chromatography

2006-10-13 发布

2006-10-13 实施



国家烟草专卖局 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 原理	1
3 试剂和材料	1
4 仪器及条件	2
5 警告	3
6 抽样	3
7 分析步骤	3
8 计算	4
9 精密度和准确度	4
10 试验报告	6
附录 A(资料性附录) 卷烟硬盒包装纸取样示意图	7
附录 B(资料性附录) 卷烟软盒包装纸取样示意图	8
附录 C(资料性附录) 卷烟条包装纸取样示意图	9

前 言

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(TC 144)归口。

本标准起草单位:上海烟草(集团)公司、郑州烟草研究院、中国烟草标准化研究中心、广东卷烟总厂、国家烟草质量监督检验中心。

本标准主要起草人:张龙根、孙文梁、刘惠民、韩云辉、沈光林、谢焰、陈再根、李青常、孔浩辉、陆怡峰。

卷烟条与盒包装纸中挥发性 有机化合物的测定 顶空-气相色谱法

1 范围

本标准规定了卷烟条、盒包装纸中挥发性有机化合物[苯、甲苯、乙苯、二甲苯(邻、间、对)、乙醇、异丙醇、正丁醇、丙酮、4-甲基-2-戊酮、丁酮、环己酮、乙酸乙酯、乙酸正丙酯、乙酸正丁酯、乙酸异丙酯和丙二醇甲醚(1-甲氧基-2-丙醇、2-甲氧基-1-丙醇)]的测定方法[顶空-气相色谱法(HS-GC)]。

本标准适用于卷烟条、盒包装纸,其他印刷和涂布纸类亦可参考使用。

2 原理

在密闭容器中和一定温度下,试样中的挥发性组分在气相(顶空)和基质(液相或固相)之间存在分配平衡。达到平衡时,将气相部分导入气相色谱进行分离,经基质校正后,可测定出各挥发性组分在试样中的含量。

3 试剂和材料

以下试剂均应达到分析纯。

3.1 标样

- 3.1.1 苯(C_6H_6)。
- 3.1.2 甲苯(C_7H_8)。
- 3.1.3 乙苯(C_8H_{10})。
- 3.1.4 二甲苯(C_8H_{10})。
- 3.1.5 乙醇(C_2H_6O)。
- 3.1.6 异丙醇(C_3H_8O)。
- 3.1.7 正丁醇($C_4H_{10}O$)。
- 3.1.8 丙酮(C_3H_6O)。
- 3.1.9 4-甲基-2-戊酮($C_6H_{12}O$)。
- 3.1.10 丁酮(C_4H_8O)。
- 3.1.11 环己酮($C_6H_{10}O$)。
- 3.1.12 乙酸乙酯($C_4H_8O_2$)。
- 3.1.13 乙酸正丙酯($C_5H_{10}O_2$)。
- 3.1.14 乙酸正丁酯($C_6H_{12}O_2$)。
- 3.1.15 乙酸异丙酯($C_5H_{10}O_2$)。
- 3.1.16 丙二醇甲醚($C_4H_{10}O_2$)。

3.2 基质校正剂

三醋酸甘油酯($C_9H_{14}O_6$)。

3.3 标样配制

3.3.1 在 250 mL 容量瓶中加入苯(3.1.1)、甲苯(3.1.2)、乙苯(3.1.3)和二甲苯(3.1.4)各 20 mg~30 mg,以及乙醇(3.1.5)、异丙醇(3.1.6)、正丁醇(3.1.7)、丙酮(3.1.8)、4-甲基-2-戊酮(3.1.9)、丁酮(3.1.10)、环己酮(3.1.11)、乙酸乙酯(3.1.12)、乙酸正丙酯(3.1.13)、乙酸正丁酯(3.1.14)、乙酸异丙

酯(3.1.15)和丙二醇甲醚(3.1.16)各 200 mg~300 mg,分别准确称量(准确至 0.1 mg),以三醋酸甘油酯(3.2)定容,定为第 1 级标准溶液。

3.3.2 取第 1 级标准溶液(3.3.1)50.00 mL 加入 250 mL 容量瓶中,以三醋酸甘油酯(3.2)定容,定为第 2 级标准溶液。

3.3.3 取第 2 级标准溶液(3.3.2)50.00 mL 加入 250 mL 容量瓶中,以三醋酸甘油酯(3.2)定容,定为第 3 级标准溶液。

3.3.4 取第 3 级标准溶液(3.3.3)50.00 mL 加入 250 mL 容量瓶中,以三醋酸甘油酯(3.2)定容,定为第 4 级标准溶液。

3.3.5 取第 4 级标准溶液(3.3.4)50.00 mL 加入 250 mL 容量瓶中,以三醋酸甘油酯(3.2)定容,定为第 5 级标准溶液。

3.3.6 标准溶液宜置于冰箱中(-18℃)保存,有效期 6 个月。取用时放置于常温下,达到常温后方可使用。

4 仪器及条件

4.1 顶空仪

4.1.1 静态顶空仪(HS)。

4.1.2 顶空瓶:20 mL~25 mL。

4.1.3 样品环:3.0 mL。

4.1.4 样品平衡温度:80℃。

4.1.5 样品环温度:100℃。

4.1.6 传输线温度:120℃。

4.1.7 样品平衡时间:45.0 min。

4.1.8 样品瓶加压压力:138 kPa。

4.1.9 加压时间:0.20 min。

4.1.10 充气时间:0.20 min。

4.1.11 样品环平衡时间:0.05 min。

4.1.12 进样时间:1.0 min。

4.2 气相色谱仪

4.2.1 VOC 毛细管柱(VOCOL 柱或等效柱),60 m×0.32 mm(内径)×1.8 μm(膜厚)。

4.2.2 载气:氦气(He)。

4.2.3 进样口温度:150℃。

4.2.4 恒流模式,柱流量 3.8 mL/min,分流比 10:1。

4.2.5 程序升温:40℃,保持 2 min,然后以 4℃/min 的速率升温至 180℃,保持 15 min。

4.2.6 FID 检测器:温度 250℃,氢气 40 mL/min,空气 450 mL/min,补充气(He) 30 mL/min。

4.3 分析天平

感量 0.1 mg。

4.4 移液枪

1 000 μL 活塞式移液枪。

4.5 容量瓶

250 mL 容量瓶。

4.6 移液管

50 mL 移液管。

4.7 制样工具

裁纸刀。

5 警告

实验室内不应摆放相关挥发性有机化合物。实验人员应佩戴防护手套以保证安全。测试废液收集后统一处置。

6 抽样

6.1 抽样方法

6.1.1 抽样时,平张的条、盒包装纸随机抽取一包,从中间位置抽取 20 张盒包装纸或 10 张条包装纸;卷筒的盒包装纸随机抽取一卷,弃去表面 3 层,取第 4、第 5 层包装纸(约 20 张)。

6.1.2 抽取的样品立即装入洁净的铝箔袋后密封,铝箔袋上应标明样品信息,包括样品名称、生产厂家、生产日期、取样日期、取样地点和取样人等。

6.2 试样制备

6.2.1 试样制备在常温常压下进行。制样应快速准确,并确保样品不受污染。每个样品制备两个平行试样。

6.2.2 硬盒包装纸:取一张硬盒包装纸,参照印刷压痕准确裁取主包装面(参见附录 A),面积为 $22.0\text{ cm} \times 5.5\text{ cm}$,将所裁试样印刷面朝里卷成筒状,立即放入顶空瓶(4.1.2)中,加入 $1\ 000\ \mu\text{L}$ 三醋酸甘油酯(3.2),密封后待测。

6.2.3 软盒包装纸:取一张软盒包装纸(参见附录 B),面积为 $15.5\text{ cm} \times 10.0\text{ cm}$,将所取试样印刷面朝外对折卷成筒状,立即放入顶空瓶(4.1.2)中,加入 $1\ 000\ \mu\text{L}$ 三醋酸甘油酯(3.2),密封后待测。

6.2.4 条包装纸:取一张条包装纸,在包装正面中央区域(参见附录 C)准确裁取 $22.0\text{ cm} \times 5.5\text{ cm}$ 的样品,将所裁试样印刷面朝里卷成筒状,立即放入顶空瓶(4.1.2)中,加入 $1\ 000\ \mu\text{L}$ 三醋酸甘油酯(3.2),密封后待测。

7 分析步骤

7.1 定性分析

取单个标样进行顶空-气相色谱分析,确定其保留时间。分别测定所有标样(3.1),确定标样的保留时间。混合标样的色谱图,见图 1。

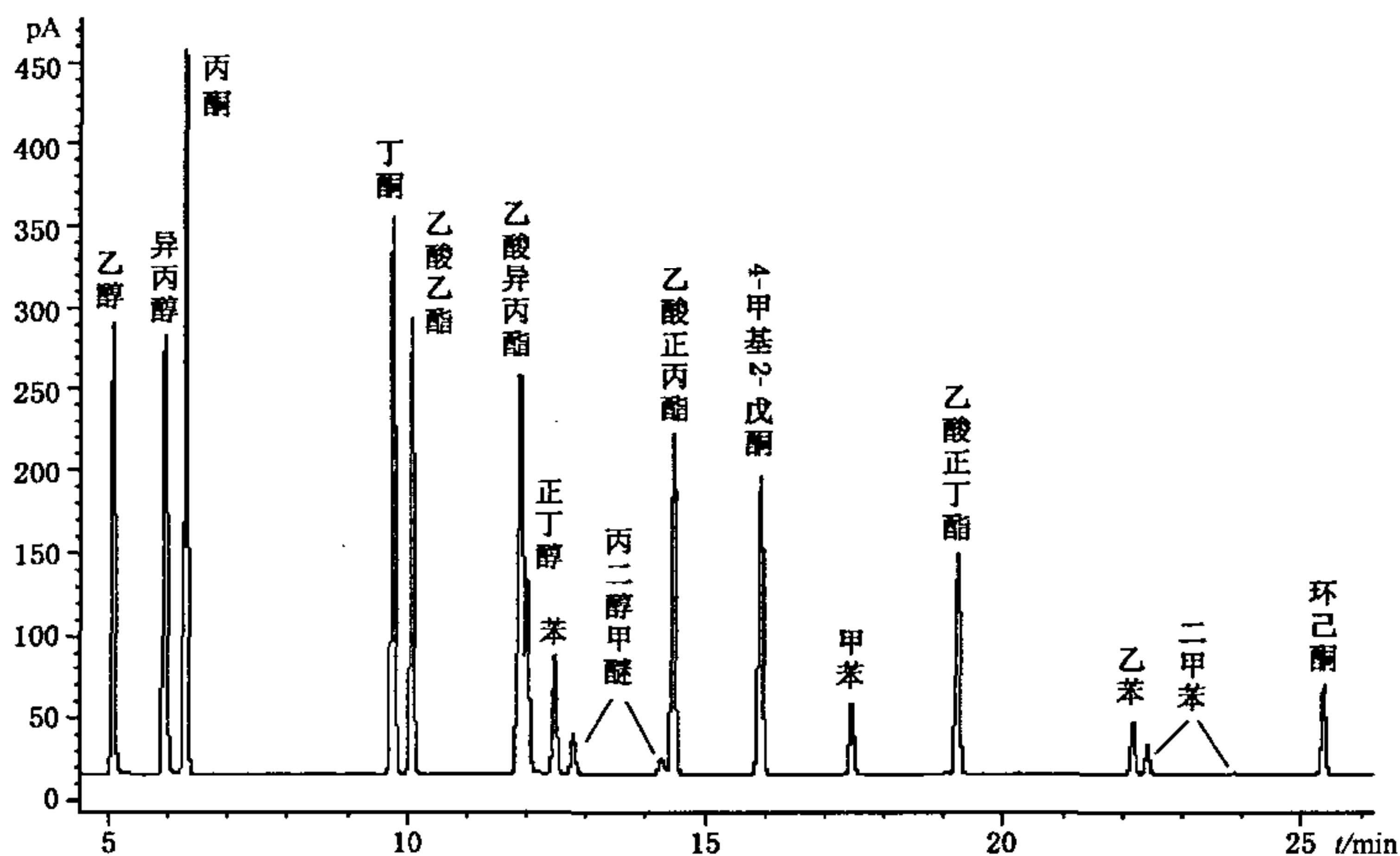


图 1 混合标样色谱图

7.2 定量分析

7.2.1 工作曲线绘制

以相应条、盒包装纸原纸为样品基质,按本标准 6.2 制取试样,分别加入 1 000 μL 第 1~5 级标准溶液(3.3.1~3.3.5),进行顶空-气相色谱(HS-GC)分析。每级标准溶液重复测定两次,取平均值。根据目标化合物的峰面积及其含量(将标液浓度换算为单位面积包装纸中所含化合物的质量数, mg/m²),建立相应工作曲线,工作曲线强制过原点。

7.2.2 样品测定

将样品按本标准 6.2 制取试样,进行顶空-气相色谱(HS-GC)分析,每个样品重复测定两次。根据相应组分的峰面积计算样品中各组分含量,取平均值,保留小数点后两位。当平均值大于等于 1.00 mg/m² 时,两次测定值之间相对偏差应小于 10%;当平均值小于 1.00 mg/m² 时,两次测定值之间绝对偏差应小于 0.10 mg/m²。

8 计算

样品中待测挥发性有机化合物含量按式(1)进行计算:

$$C_i = \frac{A_i}{K_i} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

C_i——样品中待测挥发性有机化合物的含量,单位为毫克每平方米(mg/m²);

A_i——样品中待测挥发性有机化合物的峰面积,单位为 U(积分单位);

K_i——待测挥发性有机化合物的工作曲线斜率,单位为 U·m²/mg。

9 精密度和准确度

9.1 重复性和再现性

样品的重复性和再现性试验结果如表 1 所示。

表 1 样品的重复性和再现性测定结果

化合物	重复性			再现性		
	平均值/ (mg/m ²)	相对标准偏差/ (%)	重复性限 <i>r</i>	平均值/ (mg/m ²)	相对标准偏差/ (%)	再现性限 <i>R</i>
乙醇	5.17	1.58	0.22	7.46	8.9	1.86
异丙醇	5.07	1.26	0.18	6.98	7.9	1.55
丙酮	5.69	1.18	0.18	7.48	9.2	1.94
丁酮	5.61	1.08	0.17	7.38	10.1	2.08
乙酸乙酯	6.21	1.01	0.17	8.07	7.3	1.65
乙酸异丙酯	5.89	0.95	0.16	7.95	11.0	2.44
正丁醇	4.96	1.59	0.21	7.08	11.1	2.19
苯	0.59	1.20	0.02	0.78	15.7	0.34
丙二醇甲醚	5.58	4.20	0.66	8.11	10.1	2.28
乙酸正丙酯	6.23	0.95	0.16	8.01	11.8	2.65
4-甲基-2-戊酮	5.41	1.04	0.16	7.22	10.4	2.10
甲苯	0.60	0.91	0.01	0.77	14.9	0.32
乙酸正丁酯	6.11	1.31	0.22	7.89	8.4	1.86
乙苯	0.60	0.92	0.01	0.78	15.0	0.33
二甲苯	0.67	3.50	0.06	0.78	13.4	0.29
环己酮	6.39	1.64	0.29	8.44	7.7	1.81

9.2 回收率

本方法回收率试验结果如表 2 所示。

表 2 回收率试验结果

化合物	原含量/ (mg/m ²)	加入标样量/ (mg/m ²)	测定值/ (mg/m ²)	相对标准偏差/ (%)	回收率/ (%)
乙醇	9.81	3.90	13.49	1.86	94.3
异丙醇	—	3.83	3.87	1.88	101.0
丙酮	0.09	3.67	3.36	1.37	89.1
丁酮	—	3.99	4.02	1.50	100.7
乙酸乙酯	0.58	4.44	5.02	1.39	100.0
乙酸异丙酯	—	4.30	4.38	2.17	101.9
正丁醇	—	3.98	3.64	2.07	91.6
苯	—	4.36	4.37	2.37	100.2
丙二醇甲醚	0.46	3.26	3.59	1.83	96.0
乙酸正丙酯	11.07	4.39	15.74	1.52	106.3
4-甲基-2-戊酮	—	3.63	3.71	1.20	102.3
甲苯	—	4.32	4.31	1.20	99.9
乙酸正丁酯	—	4.47	4.53	1.10	101.3
乙苯	—	4.31	4.25	1.02	98.6
二甲苯	—	4.33	4.27	0.96	98.6
环己酮	—	4.73	4.68	3.23	98.9

9.3 工作曲线线性相关性

所有目标化合物工作曲线的线性范围为 0~300 mg/m²。

按本标准 7.2.1 绘制的工作曲线线性相关系数如表 3 所示。

表 3 工作曲线线性相关系数

化合物	线性相关系数
乙醇	0.999 8
异丙醇	1.000 0
丙酮	1.000 0
丁酮	1.000 0
乙酸乙酯	1.000 0
乙酸异丙酯	1.000 0
正丁醇	0.999 7
苯	1.000 0
丙二醇甲醚	0.999 7
乙酸正丙酯	0.999 9
4-甲基-2-戊酮	0.999 9
甲苯	0.999 9
乙酸正丁酯	0.999 9
乙苯	0.999 9
二甲苯	0.999 9
环己酮	1.000 0

9.4 检测限

本方法检测限如表 4 所示。

表 4 各挥发性有机化合物的检测限

单位为毫克每平方米

化合物名称	定性检出限	定量检出限
乙醇	0.001	0.003
异丙醇	0.006	0.02
丙酮	0.002	0.007
丁酮	0.002	0.007
乙酸乙酯	0.002	0.007
乙酸异丙酯	0.003	0.01
正丁醇	0.01	0.03
苯	0.002	0.007
丙二醇甲醚	0.02	0.07
乙酸正丙酯	0.003	0.01
4-甲基-2-戊酮	0.01	0.03
甲苯	0.003	0.01
乙酸正丁酯	0.01	0.03
乙苯	0.005	0.02
二甲苯	0.009	0.03
环己酮	0.02	0.07

10 试验报告

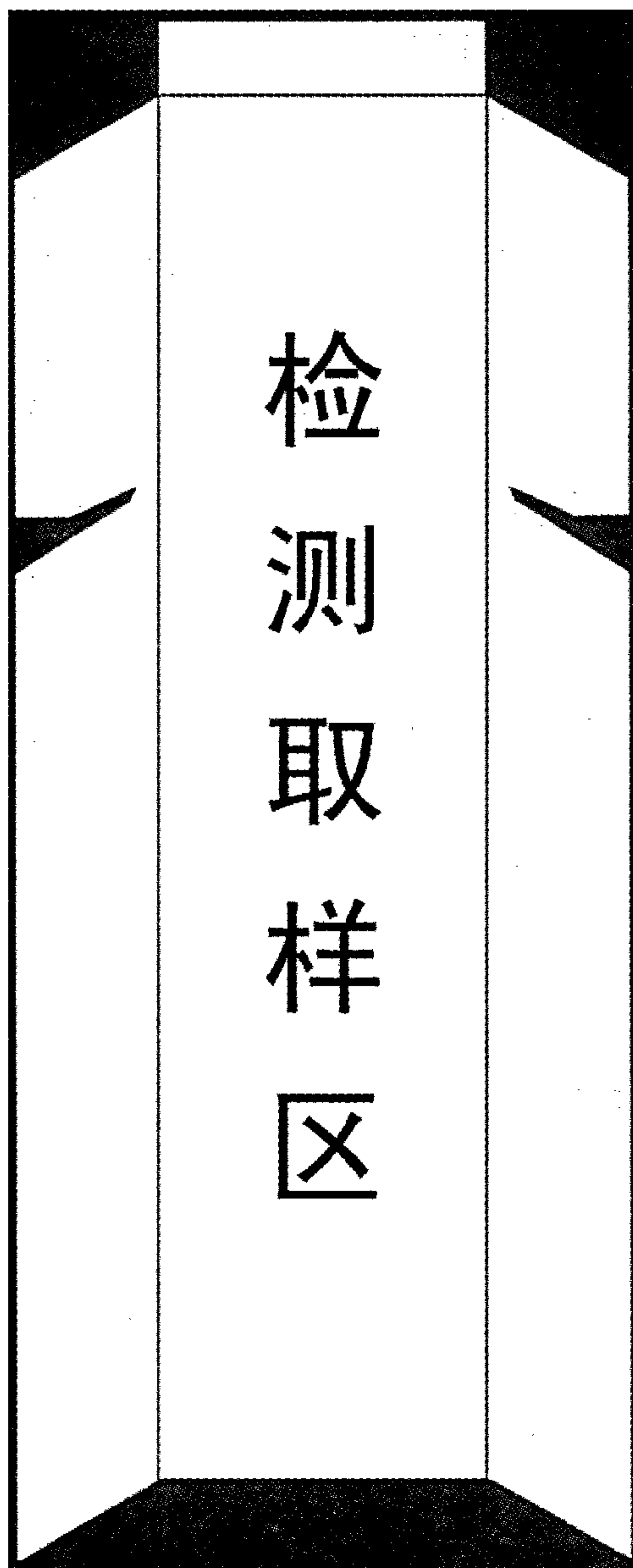
试验报告应说明：

- 识别被测样品需要的所有信息；
- 参照本标准所使用的试验方法；
- 试验结果，包括两次平行测定结果及其平均值；
- 与本标准规定分析步骤的差异；
- 在试验中观察到的异常现象；
- 试验日期；
- 测试人员。

附录 A

(资料性附录)

卷烟硬盒包装纸取样示意图

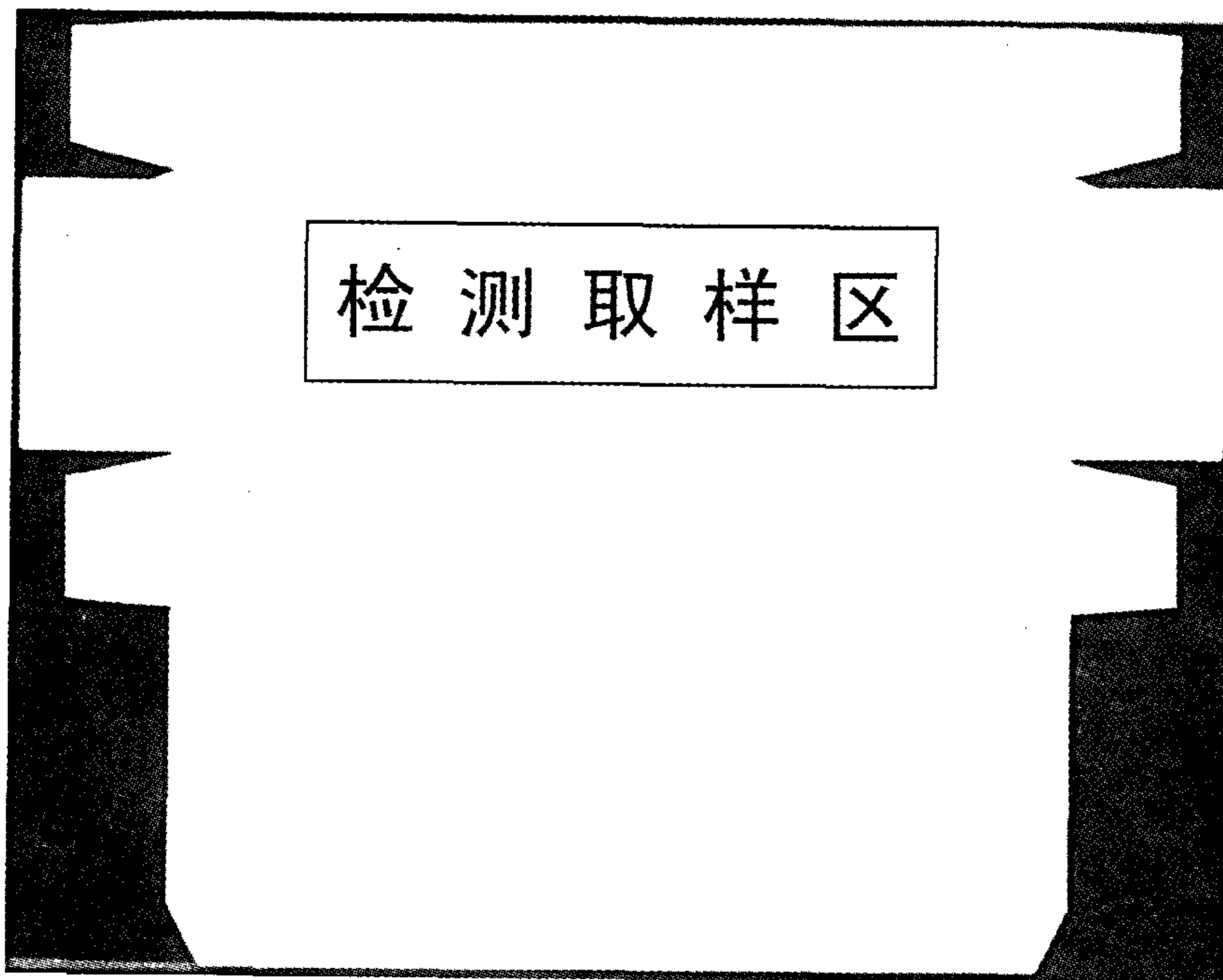


附 录 B
(资料性附录)
卷烟软盒包装纸取样示意图



检测取样区

附录 C
(资料性附录)
卷烟条包装纸取样示意图



中华人民共和国烟草
行业标准
卷烟条与盒包装纸中挥发性
有机化合物的测定 顶空-气相色谱法
YC/T 207—2006

*

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 1 字数 20 千字

2007年1月第一版 2007年1月第一次印刷

*



YC/T 207-2006

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