

顶空-气相色谱法测定卷烟包装材料中的残留溶剂

GC-025

摘要：卷烟包装材料加入基质修正液，经顶空处理后，用气相色谱法进行定性和定量分析。

关键词：卷烟包装材料 基质修正液 顶空 气相色谱法

烟用包装材料中的溶剂残留问题是卷烟安全性研究中的热点之一。卷烟包装材料中的乙醇、丙酮、乙酸乙酯、苯、甲苯等有机溶剂残留是由于原料本身或加工、印刷中使用的油墨和粘接剂等带入的，包装材料中残留的有机溶剂，不仅影响卷烟产品的吸味品质，而且还会危害消费者的健康。为此国家烟草专卖局对卷烟包装材料中有机溶剂的残留制定了限量指标和判定规则。

本文参照YC/T207-2006，在烟用包装材料中加入三醋酸甘油酯基质修正液，经顶空处理后，用气相色谱法对16种有机溶剂残留进行定性和定量分析。方法准确可靠、重现性好。

实验部分

1.1 仪器与试剂

GC-2010 Plus(FID)气相色谱仪

顶空进样器(DANI HSS-86.50)

16种有机溶剂混合标准溶液购于郑州烟草研究院标准中心

三醋酸甘油酯为分析纯

1.2 分析条件

1.2.1 色谱条件

色谱柱：Rtx-502.2, 60 m×0.32 mm×1.8 μm

进样口温度：150℃

柱温程序：40℃(2 min) 5℃/min 180℃(15 min)

柱流量：3.0 mL/min

进样方式：分流

分流比：5:1

检测器温度：250℃

氢气流量：40 mL/min

空气流量：400 mL/min

尾吹气流量：30 mL/min

1.2.2 顶空条件

平衡温度：80℃

平衡时间：45 min

样品环温度：100℃

传输线温度：120℃

1.3 样品的制备

1.3.1 硬盒包装纸

取一张硬盒包装纸，对称于纵轴线裁取试样，面积为22.0 cm×5.5 cm，将所取试样印刷面朝里卷成筒状，立即放入顶空瓶中，加入1000 μL三醋酸甘油酯，密封后待测。

1.3.2 软盒包装纸

将整张软盒包装纸作为试样，取面积为15.5 cm×10 cm，将所取试样印刷面朝里卷成筒状，立即放入顶空瓶中，加入1000 μL三醋酸甘油酯，密封后待测。

1.3.3 条包装纸

取一张条包装纸，对称于印刷图案面纵横轴线裁取试样，面积为22.0 cm×5.5 cm，将所取试样印刷面朝里卷成筒状，立即放入顶空瓶中，加入1000 μL三醋酸甘油酯，密封后待测。

结果与讨论

2.1 16种有机溶剂色谱图

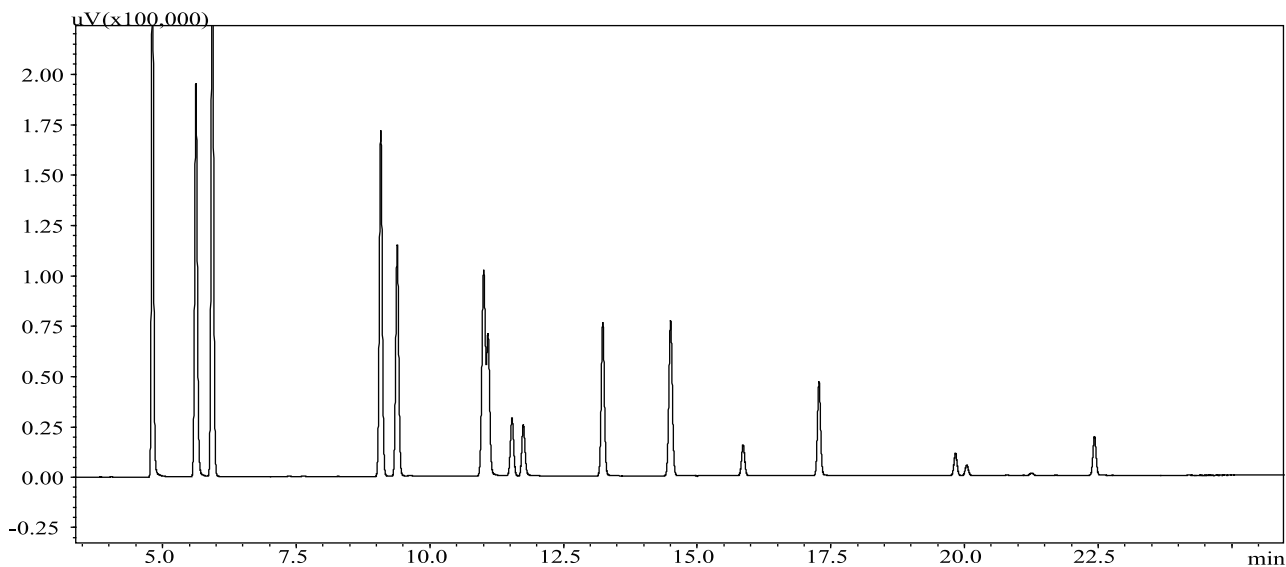
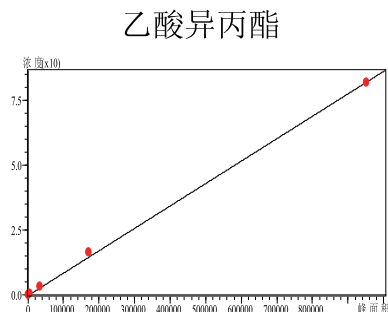
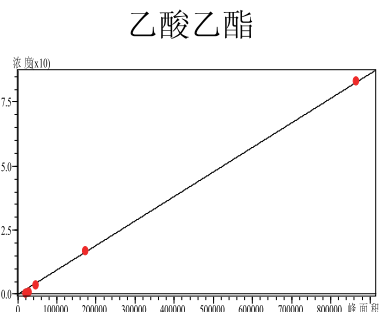
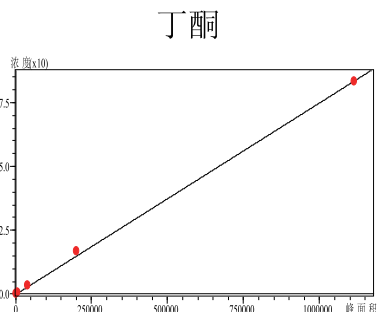
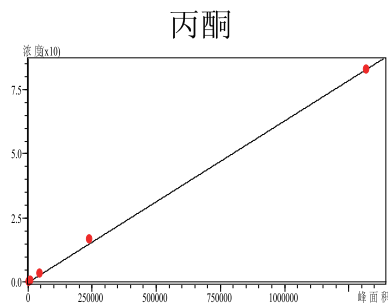
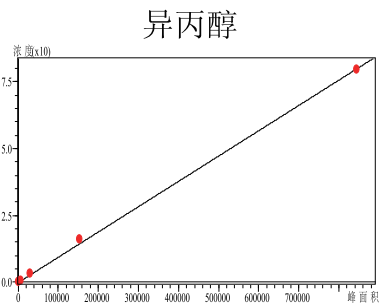
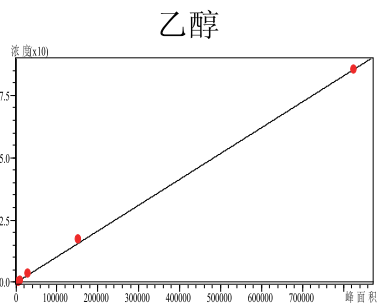


图1 以硬盒白卡纸为样品基质的16种有机溶剂色谱图(1=乙醇,2=异丙醇,3=丙酮,4=丁酮,5=乙酸乙酯,6=乙酸异丙酯,7=正丁醇,8=苯,9=丙二醇甲醚,10=乙酸正丙酯,11=甲基-2-戊酮,12=甲苯,13=乙酸正丁酯,14=乙苯,15=二甲苯,16=环己酮)

2.2 工作曲线

以硬盒白卡纸为样品基质,分别加入1000 μL 各级标准溶液,以标样的色谱图峰面积为横坐标,浓度(换算为单位面积硬盒包装纸中所含化合物的质量数, mg/m^2)为纵坐标绘制工作曲线,工作曲线按标准要求强制通过原点。各组分工作曲线及线性相关系数如下所示:



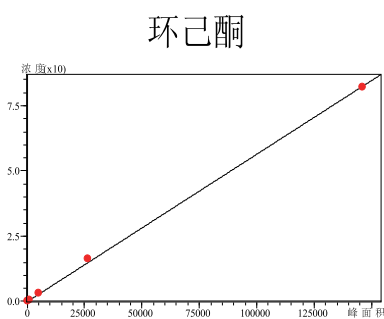
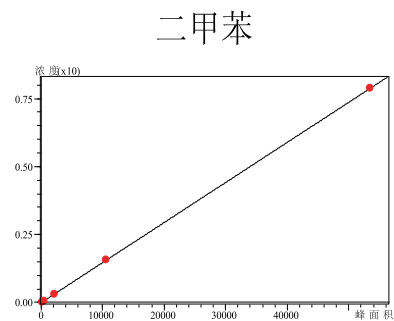
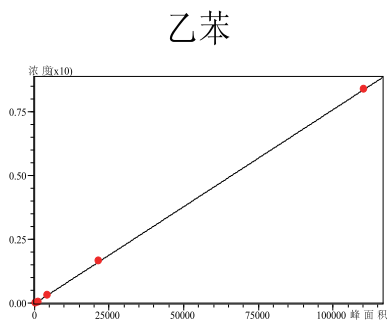
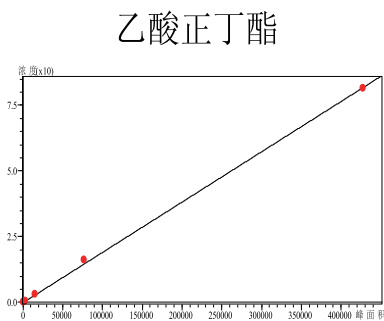
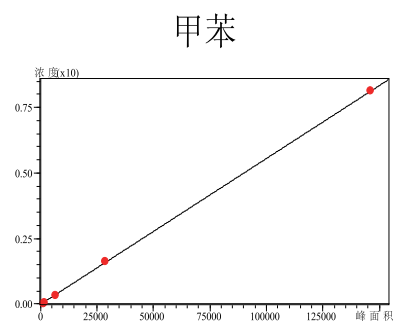
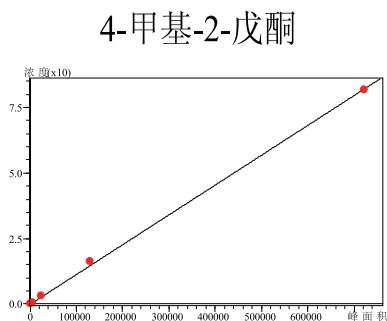
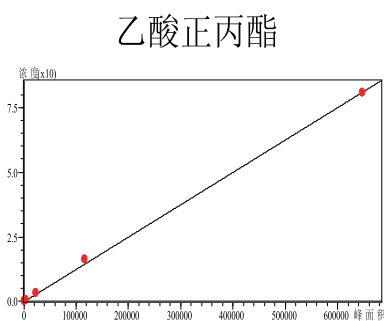
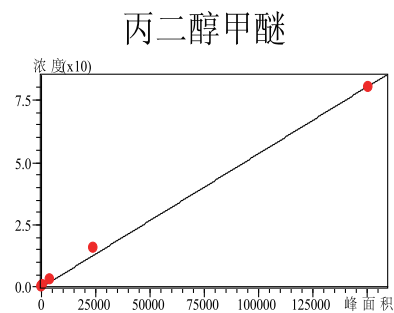
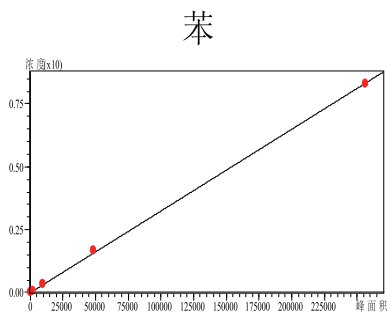
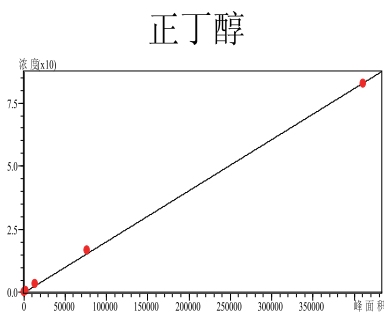


图2 16种有机溶剂工作曲线图

表1 16种有机溶剂工作曲线线性方程

化合物名称	工作曲线浓度(mg/m ³)	线性方程	相关系数
乙醇	0.14, 0.68, 3.41, 17.06, 85.31	Y = 1.035341e-004X	0.9998
异丙醇	0.13, 0.64, 3.18, 15.90, 79.45	Y = 9.458632e-005X	0.9998
丙酮	0.13, 0.66, 3.31, 16.55, 82.76	Y = 6.289814e-005X	0.9998
丁酮	0.13, 0.67, 3.33, 16.64, 83.21	Y = 7.488112e-005X	0.9998
乙酸乙酯	0.13, 0.66, 3.32, 16.60, 83.01	Y = 9.566183e-005X	0.9998
乙酸异丙酯	0.13, 0.66, 3.28, 16.38, 81.88	Y = 8.629022e-005X	0.9998
正丁醇	0.13, 0.66, 3.28, 16.38, 81.88	Y = 2.019839e-004X	0.9999
苯	0.013, 0.066, 0.33, 1.67, 8.30	Y = 3.212648e-005X	0.9990
丙二醇甲醚	0.13, 0.64, 3.21, 16.05, 80.26	Y = 5.360808e-004X	0.9993
乙酸正丙酯	0.13, 0.65, 3.23, 16.14, 80.69	Y = 1.250259e-004X	0.9998
4-甲基-2-戊酮	0.13, 0.65, 3.21, 16.05, 80.26	Y = 1.137738e-004X	0.9998
甲苯	0.013, 0.065, 0.32, 1.62, 8.12	Y = 5.566727e-005X	0.9999
乙酸正丁酯	0.13, 0.65, 3.26, 16.30, 81.50	Y = 1.913913e-004X	0.9998
乙苯	0.013, 0.067, 0.34, 1.68, 8.38	Y = 7.59286e-005X	0.9999
二甲苯	0.013, 0.063, 0.32, 1.58, 7.88	Y = 1.474599e-004X	0.9999
环己酮	0.13, 0.66, 3.28, 16.42, 82.10	Y = 5.648961e-004X	0.9998

2.3 重现性测试

以硬盒白卡纸为样品基质，加入1000 μL第4级标准溶液进行重现性测试，结果见表2、表3。结果表明重现性良好。

表2 面积重现性测试(n=5)

化合物名称	1	2	3	4	5	RSD(%)
乙醇	10552	10872	10674	10663	10553	1.22
异丙醇	6022	6146	6087	6061	5954	1.18
丙酮	10665	10819	10663	10658	10303	1.79
丁酮	7514	7537	7550	7545	7543	0.28
乙酸乙酯	28032	28098	28045	27179	27244	1.67
乙酸异丙酯	6248	6384	6377	6250	6137	1.62
正丁醇	2833	3118	3128	3116	3086	4.12
苯	1948	2075	2040	2003	1959	2.66
丙二醇甲醚	601	580	576	606	604	2.46
乙酸正丙酯	4337	4612	4653	4365	4550	3.12
4-甲基-2-戊酮	4787	4909	4873	4843	4810	1.01
甲苯	1984	2023	2020	2006	1988	0.89
乙酸正丁酯	2748	2907	2937	2799	2940	3.05
乙苯	1306	1406	1397	1294	1355	3.77
二甲苯	541	598	596	584	580	3.95
环己酮	988	1083	1038	1016	1018	3.14

表3 保留时间重现性测试(n=5)

化合物名称	1	2	3	4	5	RSD(%)
乙醇	4.817	4.821	4.819	4.818	4.816	0.045
异丙醇	5.631	5.639	5.636	5.632	5.630	0.070
丙酮	5.935	5.942	5.939	5.936	5.934	0.051
丁酮	9.088	9.093	9.090	9.088	9.086	0.031
乙酸乙酯	9.395	9.395	9.395	9.394	9.393	0.009
乙酸异丙酯	11.012	11.013	11.012	11.010	11.010	0.013
正丁醇	11.096	11.102	11.096	11.092	11.090	0.041
苯	11.541	11.537	11.540	11.539	11.539	0.013
丙二醇甲醚	11.758	11.855	11.793	11.772	11.760	0.341
乙酸正丙酯	13.240	13.244	13.242	13.239	13.238	0.016
4-甲基-2-戊酮	14.508	14.510	14.510	14.508	14.507	0.010
甲苯	15.864	15.862	15.862	15.862	15.862	0.002
乙酸正丁酯	17.283	17.286	17.284	17.283	17.282	0.008
乙苯	19.836	19.835	19.835	19.835	19.836	0.002
对、间二甲苯	20.046	20.055	20.039	20.046	20.046	0.028
邻二甲苯	21.260	21.255	21.258	21.257	21.260	0.010
环己酮	22.436	22.444	22.438	22.437	22.436	0.014

2.4 样品及回收率测试

分别取两个市面售买的香烟硬盒商标纸，制样后置于顶空瓶中，该两试样同时各取3份加入1000 μL 第3级标液，进行试样和加标回收率测定，结果见表4，回收率在85%~96%之间。

表4 样品加标回收率

样品名称	组分名称	样品测定结果 (mg/m^2)	加标检测浓度(mg/m^2)			平均 回收率%
			1	2	3	
香烟硬盒 商标纸试样 1	乙醇	0.046	2.99	2.88	3.05	85.8
	异丙醇	0.44	3.21	3.34	3.10	87.3
	丙酮	0.75	3.65	3.48	3.72	86.6
	丁酮	未检出	2.82	2.96	2.78	85.7
	乙酸乙酯	0.020	2.85	3.00	3.08	89.1
	乙酸异丙酯	未检出	2.88	2.79	2.95	87.6
	正丁醇	未检出	2.77	2.84	2.91	86.6
	苯	未检出	0.29	0.32	0.32	93.9
	丙二醇甲醚	未检出	2.87	2.75	2.92	88.7
	乙酸正丙酯	未检出	2.79	2.94	2.86	88.6
	4-甲基-2-戊酮	未检出	2.83	2.99	2.85	90.0
	甲苯	0.038	0.34	0.35	0.31	92.3
	乙酸正丁酯	未检出	2.76	2.81	2.91	86.7
	乙苯	0.25	0.55	0.58	0.53	89.2
	二甲苯	未检出	0.30	0.28	0.31	92.7
环己酮	未检出	2.77	2.93	2.86	87.0	
香烟硬盒 商标纸试样 2	乙醇	0.17	3.07	3.15	3.03	85.4
	异丙醇	未检出	3.02	3.04	3.10	96.0
	丙酮	0.91	3.76	3.84	3.82	87.5
	丁酮	未检出	2.94	2.96	2.80	87.1
	乙酸乙酯	0.098	2.95	3.06	3.00	87.5
	乙酸异丙酯	未检出	2.78	2.90	2.84	86.6
	正丁醇	0.37	3.17	3.28	3.33	88.1
	苯	未检出	0.28	0.31	0.27	86.9
	丙二醇甲醚	未检出	2.77	2.70	2.82	86.1
	乙酸正丙酯	未检出	2.90	2.80	2.86	88.3
	4-甲基-2-戊酮	未检出	2.79	2.89	2.84	88.5
	甲苯	0.014	0.30	0.29	0.30	88.3
	乙酸正丁酯	0.12	2.92	3.01	3.10	88.7
	乙苯	0.18	0.47	0.49	0.47	87.3
	二甲苯	未检出	0.27	0.28	0.27	85.4
环己酮	未检出	2.88	2.96	3.09	90.8	

结论

利用岛津GC-2010 Plus进行顶空进样，对卷烟包装材料中有机溶剂残留进行分析，结果准确可靠，重现性好，回收率在85%~96%之间。完全能满足日常检测的要求。