

GC 结合 HS-20 顶空进样器测定香烟过滤嘴烟用丝束中丙酮残留

GC-064

摘要：本文利用岛津公司 GC-2014C 气相色谱仪结合 HS-20 顶空自动进样器，建立了香烟过滤嘴烟用丝束中丙酮残留的测定方法。在标准曲线浓度范围内组分线性关系良好，相关系数 r 为 0.9996；峰面积重复性良好，RSD 为 0.68%。该方法可用于香烟过滤嘴烟用丝束中丙酮残留的快速定性定量测定。

关键词：顶空自动进样器 气相色谱仪 香烟过滤嘴烟用丝束 丙酮

烟用二醋酸纤维素丝束具有很好的弹性和热稳定性，无毒、无味、吸阻小、吸附力强、截滤效果显著，既能减少烟气中有毒物质，又使卷烟不失其基本口味，是当前世界上生产香烟过滤嘴的主要原料。生产过程中用丙酮溶解二醋酸纤维素片成将夜，经过搅拌、过滤、抽丝、卷曲、干燥、摆丝、打包等工序加工成产品。

丙酮急性中毒主要表现为对中枢神经系统的麻醉作用，长期接触可致皮炎。目前，对烟用二醋酸纤维素丝束中丙酮残留的控制已受到越来越多的重视。2008 年 3

月，国家烟草专卖局发布了《YC/T 26-2008 烟用二醋酸纤维素丝束》，此标准规定了烟用丝束中丙酮残留含量 $\leq 0.3\%$ 。

行业标准《YC/T 169.10-2009 烟用丝束理化性能的测定 第 10 部分：残余丙酮含量》中用水萃取丙酮，振荡静置后取上清液进行气相色谱分析。本文建立了一种顶空进样测定烟用丝束中丙酮残留含量的应用方法，本方法操作简单，灵敏度更高，适合于烟用丝束中丙酮残留的检测。

实验部分

1.1 仪器

HS-20 顶空自动进样器（岛津公司）
GC-2014C 气相色谱仪

1.2 分析条件

HS-20 条件：
顶空瓶平衡温度：80℃
定量环温度：110℃
传输线温度：120℃
平衡时间：30 min
进样时间：1 min
色谱条件：

色谱柱：Rtx-624，60 m \times 0.32 mm \times 1.8 μ m
柱温程序：40℃ (2 min)_5℃ /min_100℃ (0 min)
_20℃ /min_200℃ (2 min)

柱流量：2.8 mL/min
进样方式：分流进样
分流比：5:1
FID 温度：280℃

1.3 样品前处理

精密称取 0.4 g 左右烟用丝束样品，加入 10 mL 纯水后密封，待测。

结果讨论

2.1 标准谱图

丙酮标准谱图如图 1 所示。

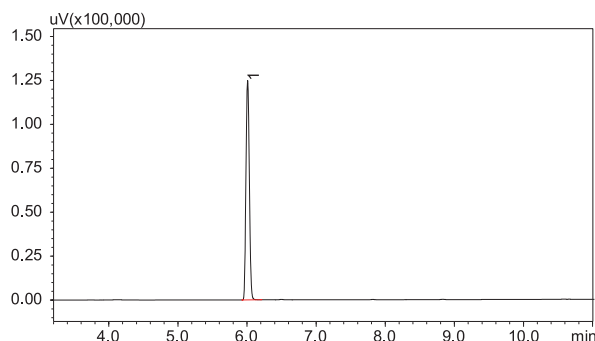


图1 丙酮标准溶液色谱图(20 μ g/mL)

表1 丙酮组分保留时间

No.	保留时间(min)	化合物	英文名称	CAS#
1	6.009	丙酮	Acetone	67-64-1

2.2 标准曲线

使用纯水配制丙酮标准系列，浓度分别为 0.5、1.0、5.0、10.0、20.0 $\mu\text{g/mL}$ ，置于 20 mL 顶空瓶中依次进样分析，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线，如下图 2 所示。

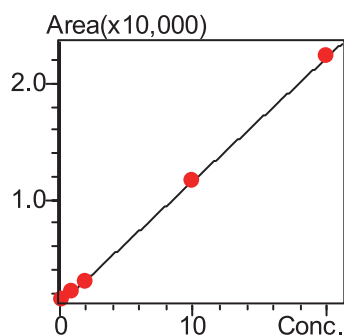


图2 标准曲线

表2 组分相关系数及检出限

No.	名称	相关系数	检出限($\mu\text{g/mL}$)
1	丙酮	0.9996	0.008

2.3 重复性测试

制备丙酮标准溶液 (1 $\mu\text{g/mL}$) 于 5 个顶空瓶中，连续进样，计算峰面积 RSD% 以考察仪器重复性，结果如表 3 所示。

表3 丙酮面积重复性(n=5)

No.	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	RSD%
1	21287	21204	21454	21573	21323	0.68

2.4 样品测试结果

将丙酮标准溶液添加到烟用丝束样品中，按照样品前处理方法制备，样品中加标浓度为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 。样品加标回收率结果见表 4。

表4 样品测试结果及加标回收率

No.	化合物名称	烟用丝束		
		检测结果(%)	回收率%	RSD% (n=5)
1	丙酮	0.0017	85.33	4.43

结论

采用岛津公司气相色谱仪 (GC-2014C) 结合 HS-20 顶空进样器分析过滤嘴烟用丝束中丙酮残留，方法操作简单，在 0.5~20.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准曲线范围内线性良好，样品加标回收率为 85.33%。本方法可以用于过滤嘴烟用丝束中丙酮残留的定性定量检测。