

GCMS 结合 HS-20 顶空自动进样器测定烟草包材中 18 种挥发性有机物

GCMS-188

摘要：本文利用岛津公司顶空自动进样器 HS-20，结合 GCMS-QP2010 Ultra 气质联用仪，建立了烟草包材中 18 种挥发性有机物的测定方法。在标准曲线浓度范围内各组分线性关系良好，相关系数 r 大于 0.998；峰面积重复性良好，RSD 小于 6.82 %。该方法可用于烟草包材中挥发性有机物的快速检测。

关键词：顶空自动进样器 气相色谱质谱联用仪 烟草包材 挥发性有机物

包装材料中的挥发性有机物 (VOCs) 越来越受到人们的关注，烟草行业对于这方面的研究也越来越多。烟草包材中的挥发性有机物主要来源于原材料以及印刷工艺中产生的溶剂残留，主要包括苯类溶剂 (苯、甲苯、二甲苯等) 和其它溶剂 (异丙醇、丙酮、丁酮、乙酸乙酯、乙酸丁酯等)。包装材料中残留的有机溶剂，不仅影响卷烟产品的吸味，而且危害消费者的健康。

随着吸烟与健康研究的深入与发展和世界反吸烟运

动的日益高涨，环保与烟草安全性问题日益引起和国际反吸烟运动组织的关注。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。国家烟草专卖局对卷烟包装材料中残留的有机溶剂制定了限量指标和判定规则，因此，需要建立有效、可靠的烟草包材中挥发性有机物的定性定量方法，为降低烟草危害提供有力的技术支持。

实验部分

1.1 仪器

HS-20 顶空自动进样器 (岛津公司)
GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪

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
GCMS 条件：
色谱柱：Rtx-624，60 m×0.32 mm×1.8 μm

柱温程序：40℃ (2 min)_5℃ /min_ 200℃ (5 min)

进样方式：分流，分流比：10:1

载气：氦气

载气控制方式：恒线速度，35.0 cm/sec

接口温度：230℃

离子源温度：200℃

离子化方式：EI

采集方式：SIM，定性定量离子见表 1

1.3 样品前处理

精密剪取 15 cm² 样品于 20 mL 顶空瓶中，加 10 mL 三醋酸甘油酯，待测。

结果讨论

2.1 标准谱图

18 种挥发性有机物混标总离子流图如图 1 所示。

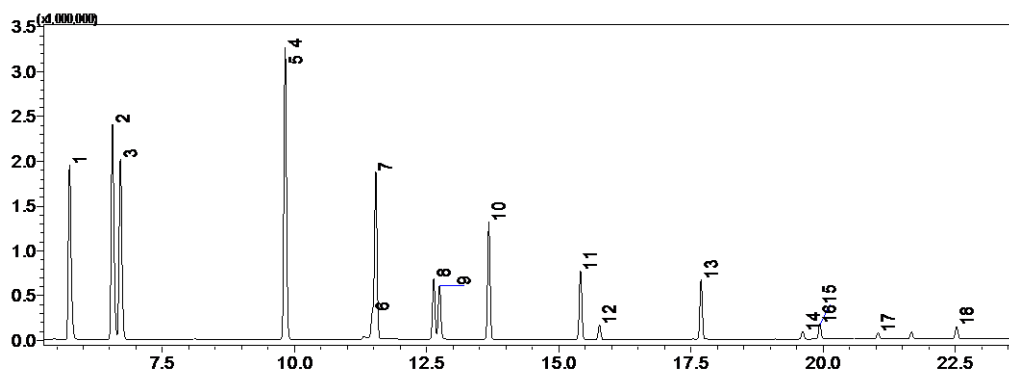


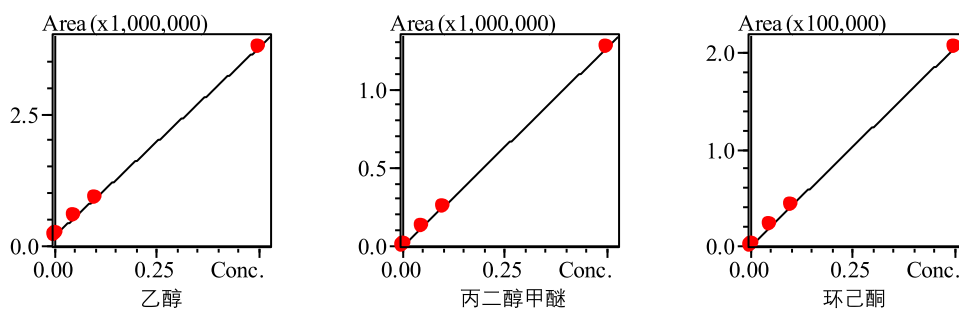
图1 挥发性有机物混标总离子流图 (0.5mg/L)

表1 组分保留时间、中英文名称和 CAS 号

No.	保留时间 (min)	化合物名称	英文名称	CAS号	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	5.739	乙醇	Ethanol	64-17-5	31	45、46
2	6.553	丙酮	Acetone	67-64-1	43	58、42
3	6.703	异丙醇	Isopropanol	67-63-0	45	43、59
4	9.828	2-丁酮	2-Butanone	78-93-3	72	57、39
5	9.821	乙酸乙酯	Ethyl acetate	141-78-6	43	61、45
6	11.471	苯	Benzene	71-43-2	78	77、51
7	11.535	醋酸异丙酯	Isopropyl acetate	108-21-4	43	59、87
8	12.635	正丁醇	1-Butanol	71-36-3	56	41、31
9	12.741	丙二醇甲醚	1-Methoxy-2-propanol	107-98-2	45	75、47
10	13.674	乙酸丙酯	Propyl acetate	109-60-4	43	61、73
11	15.41	4-甲基-2-戊酮	4-Methyl-2-pentanone	108-10-1	43	58、85
12	15.769	甲苯	Toluene	108-88-3	91	65、92
13	17.692	乙酸丁酯	Butyl acetate	123-86-4	43	56、73
14	19.613	乙苯	Ethylbenzene	100-41-4	91	92、106
15	19.938	间二甲苯	m-xylene	108-38-3	106	105、91
16	19.938	对二甲苯	p-xylene	106-42-3	106	105、91
17	21.043	邻二甲苯	o-xylene	95-47-6	106	105、91
18	22.528	环己酮	Cyclohexanone	108-91-4	55	98、42

2.2 标准曲线

使用三醋酸甘油酯配制有机溶剂混合标准系列，浓度分别为 1、5、50、100、500 $\mu\text{g/L}$ ，苯、甲苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯浓度分别为 0.1、0.5、5、10、50 $\mu\text{g/L}$ ，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线。因篇幅所限，部分有机溶剂组分标准曲线如下所示，各组分标准曲线相关系数如表 2 所示。



2.3 检出限及重复性

根据 5 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液数据, 计算方法检出限 (3 倍噪声计算)。各组分检出限见表 2, 且峰面积重复性良好。

表2 各组分检出限及面积重复性 (n=5)

No.	化合物	相关系数	检出限 ($\mu\text{g/m}^3$)	%RSD	No.	化合物	相关系数	检出限 ($\mu\text{g/m}^3$)	%RSD
1	乙醇	0.9999	0.24	5.24	10	乙酸丙酯	0.9999	3.23	2.25
2	丙酮	0.998	0.34	5.05	11	4-甲基-2-戊酮	0.9996	4.04	3.12
3	异丙醇	0.9999	0.38	3.29	12	甲苯	0.9999	1.96	4.20
4	2-丁酮	0.9999	0.84	3.61	13	乙酸丁酯	0.9999	5.14	6.76
5	乙酸乙酯	0.9999	0.51	3.05	14	乙苯	0.9998	2.89	4.74
6	苯	0.9998	0.20	5.63	15	间二甲苯	0.9998	1.20	4.42
7	醋酸异丙酯	0.9999	21.98	6.03	16	对二甲苯	0.9998	1.20	4.42
8	正丁醇	0.9999	1.62	6.82	17	邻二甲苯	0.9999	0.62	5.12
9	丙二醇甲醚	0.9999	1.86	6.00	18	环己酮	0.9998	6.23	6.61

2.4 回收率

将挥发性有机物混标溶液分别添加到样品中 (市售某品牌香烟), 按照样品前处理方法制备, 样品中加标浓度分别为 5 $\mu\text{g/L}$, 平行制样 3 次, 回收率结果见表 3。

表3 样品测试结果及加标回收率

No.	化合物名称	检测结果 (mg/m^3)	回收率(%)			平均值 (%)	RSD% (n=3)
			1	2	3		
1	乙醇	0.07	85.70	84.20	80.70	83.53	3.07
2	丙酮	5.20	91.20	91.80	92.40	91.80	0.65
3	异丙醇	1.11	105.00	112.10	107.30	108.13	3.35
4	2-丁酮	N.D.	89.70	89.50	90.40	89.87	0.53
5	乙酸乙酯	0.02	86.90	87.00	88.40	87.43	0.96
6	苯	0.05	115.30	118.10	113.80	115.73	1.89
7	醋酸异丙酯	N.D.	85.10	84.20	81.80	83.70	2.04
8	正丁醇	0.09	88.80	84.60	87.50	86.97	2.47
9	丙二醇甲醚	N.D.	115.50	123.40	125.80	121.57	4.43
10	乙酸丙酯	N.D.	90.60	94.40	92.30	92.43	2.06
11	4-甲基-2-戊酮	N.D.	89.40	95.70	90.50	91.87	3.66
12	甲苯	N.D.	83.50	86.10	85.10	84.90	1.54
13	乙酸丁酯	2.88	120.40	115.30	107.80	114.50	5.54
14	乙苯	N.D.	84.50	102.10	84.50	89.03	8.82
15	间二甲苯	N.D.	85.70	100.00	90.50	92.07	7.90
16	对二甲苯	N.D.	85.70	100.00	90.50	92.07	7.90
17	邻二甲苯	N.D.	117.90	122.30	112.70	117.63	4.09
18	环己酮	N.D.	73.20	108.20	97.00	99.67	7.59

■ 结论

采用岛津公司 HS-20 结合气相色谱质谱联用仪 (GCMS-QP2010 Ultra) 分析烟草包装材料中的挥发性有机物, 方法操作简单, 在 1~500 $\mu\text{g/L}$ 标准曲线范围内线性良好, 苯、甲苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯在 0.1~50 $\mu\text{g/L}$ 标准曲线范围内线性良好, 样品加标回收率为 83.53 ~ 121.57 %。本方法可用于烟草包装材料中的挥发性有机物的测定。