



## 顶空气相色谱法分析卷烟包装材料中的VOCs及质量控制

惠康进 甘学文 王瑞

(南京卷烟厂产品研发中心, 江苏 南京 210012)

**摘要:** 卷烟包装材料中的有机溶剂残留(乙酸乙酯, 乙酸丙酯, 乙酸丁酯, 甲苯等)一旦超标将会使卷烟包装材料产生令人刺鼻的气味, 从而影响卷烟产品的最终销售。甲苯等溶剂的含量是有严格控制的[1], 文献[2-4]报导了测定有机残留方面的研究工作。本文采用外标法进行定量分析, 同时结合有机溶剂残留的嗅觉阈值进行了研究, 制定了企业卷烟包装材料的有机溶剂残留判断标准, 对卷烟企业严格控制包装材料的质量提供了理论依据。

**关键词:** 顶空气相色谱; 卷烟包装材料; 有机溶剂残留; 嗅觉阈值

### 引言

在世界经济高速发展的今天, 包装印刷呈现出了绚丽多彩的景象, 越来越多的美丽的包装在印刷厂生产出来。人们在欣赏美丽的包装外衣的同时对这些漂亮“衣着”的味道也给予了重视。这是非常重要的一个问题——包装印刷品的安全问题。

卷烟用环保材料纸或纸板制成的纸盒包装, 在通过各种印刷方法加工之后, 油墨附着在纸上, 对于包装内容是否存在不安全因素? 特别是像卷烟印刷中常用的凹印油墨, 这此油墨印品的安全性如何来检验呢?

印刷后的包装材料具有不同程度的气味, 这是由于印刷方法的不同而导致油墨的成分的不同。如何来评价这些气味呢?

气相色谱分析法在印刷包装材料的生产中被广泛采用。通过气相色谱分析可以客观地确定印刷过的包装材料溶剂残留的含量。这对于卷烟加工企业来说具有非常现实的意义。

### 1 实验部分

#### 1.1 主要仪器与试剂

Agilent公司6890N气相色谱仪, 配有FID检测器, HP7694顶空进样器, Agilent Chemstation化学工作站, HP-FFAP毛细管柱(50m×0.20mm i.d.×0.30μm), 1μl, 100μl, 1ml, 100ml注射器, AURORA AS590C细碎型碎纸机。

乙酸丁酯, 乙醇, 甲苯(南京化学试剂一厂)、异丙醇(上海试四赫维化工有限公司)、乙酸乙酯(上海化学试剂有限公司)、乙酸丙酯(中国医药集团上海化学试剂公司)、甲基异丁基甲酮(上海凌峰化学试剂有限公司), 以上试剂均为分析纯。

#### 1.2 样品制备

在进仓库前的样品中, 随机确定两个包装单位为抽样对象, 在每个包装中随机抽取1个最小包装单位作为实验样品。将实验样品密封, 准备样品制备。

在实验样品中, 随机抽取一定量的包装材料(小盒商标纸一张; 其它包装材料200 cm<sup>2</sup>左右), 立刻放入粉碎机中, 将粉碎为3mm大小的包装材料迅速装入20mL的顶空瓶中密封。同时制取两个试样, 进行平行测定。本次实验的样品为小盒商标。

#### 1.3 顶空条件与色谱条件

顶空条件: 相色谱工作时间(根据气相色谱时间进行设定), 样品平衡时间25.0min, 顶空瓶加压时间0.20min, 取样环取样时间0.05min, 取样环平衡时间0.05min, 进样时间1.00min; 顶空瓶压力18.0 psi, 载气压力(比GC进样口压力大1个psi)。

气相条件: 进样口温度: 250℃; 分流比: 1: 1; 载气: 氮气; 流速: 0.8ml/min, 恒流; FID检测温度: 250℃; 程序升温: 50℃  $\xrightarrow{3^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  100℃。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 方法的重现性

取同一生产日期的某牌号样品5份，按照1.1.2操作进行，测定的结果和标准偏差见表1：

表1 样品A的重现实验结果和结果的标准偏差

单位: $\mu\text{g/ml}$							
	乙酸乙酯	异丙醇	乙醇	乙酸丙酯	甲基异丁基甲酮	甲苯	乙酸丁酯
1	0.9725	5.3731	1.4813	0.2265	0	0.3296	0.3002
2	0.9796	5.3622	1.484	0.2128	0	0.3148	0.2908
3	0.9875	5.3785	1.4864	0.2355	0	0.3119	0.2812
4	0.9637	5.3932	1.4635	0.2388	0	0.3328	0.3287
5	0.9612	5.3502	1.4723	0.2132	0	0.2988	0.3201
RSD%	1.1	1.6	1.0	1.2	0	1.4	2.0

## 2.2 有机溶剂残留的成分定性

按照标准物质的保留时间进行对比分析，可以知道出峰的先后顺序为：乙酸乙酯、异丙醇、乙醇、乙酸丙酯、甲基异丁基甲酮、甲苯、乙酸丁酯，如图1所示。

## 2.3 样品中挥发性成分的定量分析

用1 $\mu\text{L}$ 微量注射器准确量取1.0 $\mu\text{L}$ 异丙醇、1.0 $\mu\text{L}$ 乙醇、1.0 $\mu\text{L}$ 甲基异丁基甲酮、1.0 $\mu\text{L}$ 甲苯、1.0 $\mu\text{L}$ 乙酸乙酯、1.0 $\mu\text{L}$ 乙酸丙酯、1.0 $\mu\text{L}$ 乙酸丁酯，注入100mL注射器，配制一定浓度的标准混合气体。取一定量的标准气体，注入20mL的顶空瓶中，稀释成5个浓度梯度的标准气体，包装材料挥发性有机物的限量值浓度应在标准气体的浓度范围内。乙酸乙酯、异丙醇、乙醇、乙酸丙酯、乙酸丁酯、甲基异丁基甲酮、甲苯的标准曲线的相关系数分别为0.9918、0.9931、0.9943、0.9880、0.9913、0.9890、0.9882。图2是某品牌卷烟小盒商标有机溶剂残留的色谱图，从图中可以看出峰分离的效果很好。

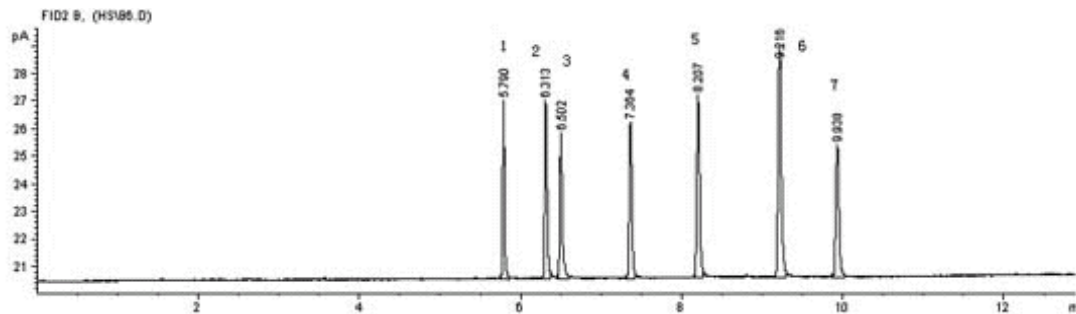


图1 标准混合气体的色谱图

1. 乙酸乙酯；2. 异丙醇；3. 乙醇；4. 乙酸丙酯；5. 甲基异丁基甲酮；6. 甲苯；7. 乙酸丁酯。

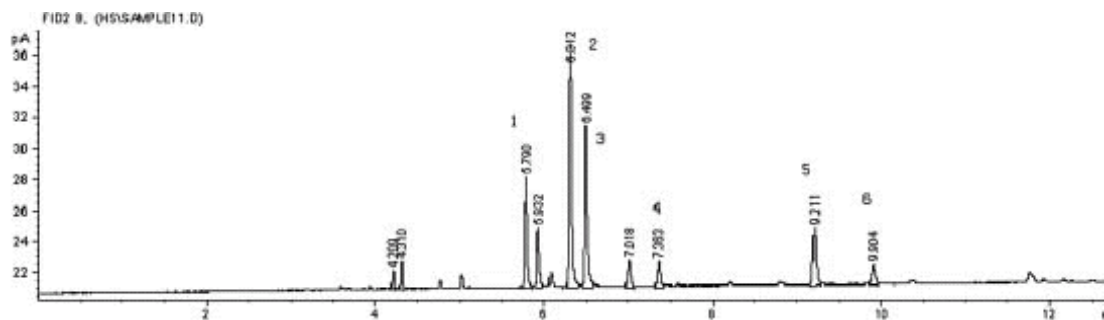


图2 某品牌小盒样品的色谱图

1. 乙酸乙酯；2. 异丙醇；3. 乙醇；4. 乙酸丙酯；5. 甲苯；6. 乙酸丁酯。

## 2.4 限量值的确定

取部分样品进行分析，对产生刺鼻气味的卷烟包装材料进行跟踪，每天检测一次，以不产生异味时检测的数值为该卷烟包装材料的限量值。表2中给出了部分进货样的限量结果，如果实测值大于表中列出的数值，即判该批包装材料不合格。

B	3.557	1.4281	0.8058	9.5814	0.1282	0.7847	1.5115
C	3.1427	1.5701	1.3628	5.7035	0.4926	0.8438	2.5519
D	9.7119	3.5663	1.6669	0.9239	0	13.3212	0.521
E	4.3134	28.7946	1.4892	0.4442	0.0921	2.4436	3.9294
F	1.2382	0.8482	0.3871	1.9323	0	2.5008	19.2229

综上所述，采用外标法进行定量，用顶空气相色谱法分析卷烟包装材料中的有机残留，不仅前处理比较简便，而且检测时间短，对提高卷烟工业企业在卷烟包装材料质量方面提供了一个很好的鉴定方法。

#### 参考文献

- [1]黄嘉初. 烟草工业手册（第一版）. 北京：中国轻工业出版社，1999. 148
- [2]李忠，蒋次清，杨光宇，施红林，刘巍. 中国烟草学报，2004，10（6）：7~9
- [3]申书昌，张维兵，崔力行. 色谱，2000，18（6）：571~573
- [4]汤桦，雷根虎，李鹏，孔详虹，何学文. 色谱，2003，21（2）：178~180

【打印】 【关闭】

Copyright 2004 <http://www.tobacco.org.cn/> Inc. All rights reserved.

版权所有：中国烟草学会