



存放时间对卷烟商标纸挥发性有机物VOCs残留量的影响

张东豫

(河南新郑烟草集团公司技术中心)

摘要: 包装材料的挥发性成分越来越受到人们的关注,国内一些单位开展了卷烟商标纸挥发性有机物测定方法的研究,而挥发性有机物在存放过程中的变化皆没有相关报道,本项研究采用顶空-气相色谱-质谱法对卷烟商标纸挥发性有机物残留量随存放时间的变化进行了研究,结论是商标纸在存放过程中,其挥发性成分VOCs处于一个不断减少的过程,特别是前三天,发生了较明显的变化。

关键词: 卷烟商标纸;挥发性有机化合物(VOCs);顶空气相色谱法;存放时间

一、前言

随着烟草行业竞争的日趋激烈以及卷烟消费者对吸烟与健康的日益关注,对影响卷烟感官质量的因素研究更加精细,包装材料的挥发性成分越来越受到人们的关注,卷烟商标纸中的挥发性主要来源于卷烟商标纸原纸以及印刷过程中产生的溶剂残留,其中有些成分会对人体健康以卷烟吸食质量产生影响,因此国内上海、玉溪等一些大型烟草企业都开展了卷烟商标纸挥发性有机物测定方法的研究。

在参考别人测定方法以及自己的摸索,我们采用顶空-气相色谱-质谱方法对卷烟商标纸挥发性有机物残留量随存放时间的变化进行了研究,定量仅对甲苯一种物质进行了绝对定量,其余皆为相对变化量。

二、实验部分

样品来源:2005年3月9日从原辅料中转库取样。

1、仪器与试剂

标样:甲苯、二氯甲烷(溶剂)

仪器:美国Agilent公司7694顶空仪;6890/5973气质联用仪。

样品:某品牌商标纸(软包),新到货样品,密封后存放实验室。

样品瓶:20ml专用顶空瓶。

剪刀及手套。

2、样品制备

从商标短边中心一分为二,取其中一半,切成约(2mm×5mm)碎片,进行分析。

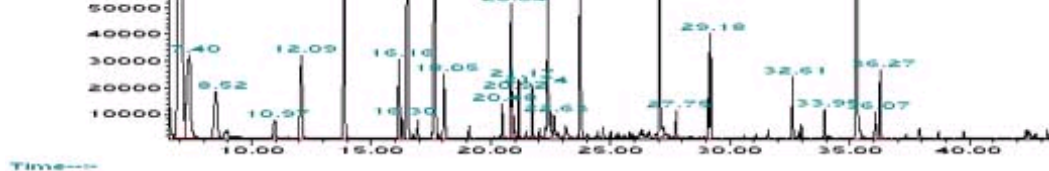
3、检测条件

①顶空条件:对样品平衡加热30min,温度100℃,加压时间0.1min,充定量环时间0.5min,进样时间1min。

②2GC/MS条件:进样口温度250℃,AUX温度260℃,离子源温度150℃,恒流0.7ml/min,柱子类型为HP-Ultra2(50m),程序升温60℃保持2min,每分钟3℃至230℃,每分钟10℃升到250℃,保持3min.谱库检索为NIST库。

4、标样的定性分析

以上述方法对样品的挥发性残留物进行定性分析,色谱图见下图:



表一 样品定性出成分及保留时间

保留时间	样品名称
7.05	丁酮
8.51	丁醇
12.08	甲苯
13.86	乙酸丁酯
16.15	乙苯
16.5	二甲苯
17.64	二甲苯
18.04	2-乙基甲苯
20.83	三甲苯
21.15	三甲苯
22.37	2-乙基己醇
23.72	苯乙酸甲酯
27.04	苯乙酸甲酯
29.17	乙酸异辛酯
32.6	丙烯酸辛酯

5、甲苯标准工作曲线

试验确定甲苯的大致含量、配制不同浓度的甲苯标准溶液，取 10 μl 加入空白顶空样品瓶进行检测。

表二 甲苯标准工作曲线

	单位 μg		
464637	1108	相关系数 0.991065	
1588117	2216		
3345418	3324		
4100452	4432		
6228764	5540		
斜率	0.0007751	W (单位面积含量) = (0.0007751 * S (面积) + 88593575) / 78.12	

表三、样品平行样分析结果

保留时间	名称	峰面积	峰面积	峰面积	峰面积	标准偏差	平均值	相对标准偏差
7.05	丁酮	9562841	9438604	9579650	9502403	64097.26	9520875	0.673229
8.51	丁醇	1466246	1412515	1513002	1496679	44203.1	1472111	3.002703
12.08	甲苯	1256337	1263162	1235403	1264234	13385.67	1254784	1.066771
单位	μg/cm ²	23.80	23.87	23.60	23.88	0.13	23.79	0.56
13.86	乙酸丁酯	2895158	2840398	2886519	2939252	40515.02	2890332	1.401743
16.15	乙苯	927907	922706	931815	991332	32145.28	943440	3.407242
16.5	二甲苯	4055772	4055437	4151548	4259879	97297.77	4130659	2.355502

由甲苯标准工作曲线计算出的甲苯实际含量

样品一	样品二	样品三	样品四	标准偏差	平均值	相对标准偏差 (%)
23.80	23.87	23.60	23.88	0.13	23.79	0.56

单位 (μg/cm²)

由表三可以看出,所有检测出的VOCs成分相对标准偏差均在5%以下,表明该方法有较好的重现性。
表四、某品牌小盒(软包)中的主要挥发性成分随存放时间变化总离子图中峰面积的变化。

保留时间	名称	第一天峰面积	第三天峰面积	第五天峰面积	第七天峰面积	第九天峰面积	第十二天	第十四天
7.05	丁酮	9562841	8653820	8019716	7581246	7203784	6983246	6803486
8.51	丁醇	1366246	1024167	9564371	8956247	8125468	8012056	7896942
12.08	甲苯	1256337	986316	955640	934923	919647	901878	896728
13.86	乙酸丁酯	2895158	2640398	2486519	2339252	2286039	2175332	2102281
16.15	乙苯	897907	822706	801815	789332	782014	775940	770269
16.5	二甲苯	4055772	3655437	3491548	3401279	3366251	3295659	324223
17.64	二甲苯	5576646	5169884	4810129	4695337	4587469	4545499	4498163

18.04	2-乙基甲苯	793357	719012	887360	869338	860981	85466.8	850124
20.83	三甲苯	1384579	1008928	982981	970197	964512	959921	953467
21.15	三甲苯	417515	385393	370293	367853	359362	352635	349226
22.37	2-乙基己醇	1296883	1013836	988180	979627	970787	962657	959714
23.72	苯乙酸甲酯	1997380	1605876	1458843	1365560	129713.1	1204915	1185222
27.04	苯乙酸甲酯	3154420	2847996	2657735	2503299	246922.6	2423363	2394744
29.17	乙酸异辛酯	1007074	971022	957184	946131	938958	933870	930243
32.6	丙烯酸辛酯	512784	487493	468263	459062	451687	448506	445709

甲苯的实际含量

名称	第一天	第三天	第五天	第七天	第九天	第十二天	第十四天
单位(μg/cm ²)	23.80436	21.12558	20.82126	20.61573	20.46418	20.28791	20.236

从表四可以看出,商标纸挥发性成分含量随存放时间的增加而不断减少,特别是第三天的检测,出现了较大幅度的降低。

结论:通过实验我们发现,商标纸在存放过程中,其挥发性成分VOCs处于一个不断减少的过程,特别是前几天,发生了较明显的变化,因此,建议企业在包装材料到厂以后,应存放一周时间以上再使用,这样可使挥发性成分总量得到明显降低。

参考文献

[1]“顶空-气相色谱法测定卷烟商标纸中的挥发性有机物(VOCs)”,上海烟草(集团)公司技术中心 谢焰 浦俊卿 孙文梁 张龙根 刘百战。

【打印】 【关闭】