



中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 267—2008

烟用白乳胶中乙酸乙烯酯的测定 顶空-气相色谱法

Determination of vinyl acetate in polyvinyl acetate
emulsion adhesive for cigarette—
Headspace-gas chromatography

2008-05-27 发布

2008-07-01 实施

国家烟草专卖局 发布

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。
本标准由国家烟草专卖局提出。
本标准由全国烟草标准化技术委员会(TC144)归口。
本标准起草单位:上海烟草(集团)公司。
本标准的主要起草人:谢焰、陆怡峰、殷引、史佳沁、李奇、刘百战。

烟用白乳胶中乙酸乙烯酯的测定 顶空-气相色谱法

1 范围

本标准规定了烟用白乳胶中乙酸乙烯酯的测定方法(顶空-气相色谱法)。

本标准适用于烟用白乳胶中乙酸乙烯酯的测定。

2 原理

在密闭容器中和一定温度下,试样中的挥发性组分在气相(顶空)和基质(液相或固相)之间存在分配平衡。达到平衡时,将气相部分导入气相色谱进行分离,经基质校正后,可测定出各挥发性组分在试样中的含量。

3 试剂与材料

除特殊要求外,应使用分析纯级试剂。

3.1 标样

乙酸乙烯酯($C_4H_6O_2$)。

3.2 溶剂

N,N-二甲基甲酰胺(C_3H_7NO)。

3.3 标准溶液

在 50 mL 容量瓶中加入乙酸乙烯酯标样(3.1)约 0.02 g(20 mg),准确称量(精确至 0.000 1 g)。以 *N,N*-二甲基甲酰胺(3.2)定容,定为第 1 级标准溶液。

取第 1 级标准溶液 20.00 mL 加入 50 mL 容量瓶中,以 *N,N*-二甲基甲酰胺(3.2)定容,定为第 2 级标准溶液。

取第 2 级标准溶液 20.00 mL 加入 50 mL 容量瓶中,以 *N,N*-二甲基甲酰胺(3.2)定容,定为第 3 级标准溶液。

取第 3 级标准溶液 20.00 mL 加入 50 mL 容量瓶中,以 *N,N*-二甲基甲酰胺(3.2)定容,定为第 4 级标准溶液。

取第 4 级标准溶液 20.00 mL 加入 50 mL 容量瓶中,以 *N,N*-二甲基甲酰胺(3.2)定容,定为第 5 级标准溶液。

标准溶液宜置于冰箱中(-18°C)保存,有效期六个月。取用时放置于常温下,达到常温后方可使用。

4 仪器设备

本标准使用下列仪器设备:

- 静态顶空仪;
- 气相色谱仪:配置有氢火焰离子化检测器,进样口应具有分流进样方式。进样口、柱箱、检测器应分别配有独立可控制的加热单元;
- 色谱柱:弹性熔融石英毛细管柱,推荐使用 VOC 柱或分离效能相近的毛细管柱,60 m(长度) $\times$ 0.32 mm(内径) $\times$ 1.8 μm (膜厚);

- d) 分析天平:感量 0.1 mg;
- e) 顶空瓶:20 mL~25 mL;
- f) 活塞式移液枪:1 000 μ L;
- g) 容量瓶:50 mL;
- h) 移液管:20 mL。

5 分析步骤

5.1 静态顶空条件

- 5.1.1 样品环:3.0 mL。
- 5.1.2 样品环温度:100℃。
- 5.1.3 样品平衡温度:80℃。
- 5.1.4 传输线温度:120℃。
- 5.1.5 样品瓶加压压力:138 kPa。
- 5.1.6 样品平衡时间:低速振荡 30.0 min。
- 5.1.7 加压时间:0.20 min。
- 5.1.8 充气时间:0.20 min。
- 5.1.9 样品环平衡时间:0.05 min。
- 5.1.10 进样时间:1.00 min。

5.2 气相色谱条件

- 5.2.1 载气:He。
- 5.2.2 进样口温度:150℃。
- 5.2.3 恒流模式,柱流量 2.5 mL/min,分流比 20 : 1。
- 5.2.4 程序升温:100℃,保持 8.00 min,然后以 15℃/min 的速率升温至 180℃,保持 10.00 min。
- 5.2.5 检测器:温度 250℃,氢气 40 mL/min,空气 450 mL/min,尾吹气(He) 30 mL/min。

5.3 工作曲线绘制

分别取 1 级~5 级标准溶液(3.3)1 000 μ L 加入顶空瓶,迅速密封瓶口,进行顶空-气相色谱分析。每级标准溶液平行测定两次,取平均值。根据乙酸乙烯酯的峰面积及其含量,建立相应工作曲线或计算出回归方程。

5.4 试样测定

称取 0.1g(精确至 0.000 1g)试样于顶空瓶中,加入 1 000 μ L *N,N*-二甲基甲酰胺(3.2),迅速密封瓶口,进行顶空-气相色谱分析。

每个试样应平行测定两次,两次测定值的相对标准偏差应小于 10%。

6 结果计算与表述

试样中乙酸乙烯酯含量按式(1)计算:

$$X = c \cdot V / 1\,000\,m \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X*——试样中乙酸乙烯酯含量,单位为克每千克(g/kg);
- c*——从标准曲线上读取的样品中乙酸乙烯酯浓度,单位为微克每毫升(μ g/mL);
- V*——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m*——试样的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的平均值为最终测定结果,保留小数点后两位。

7 回收率和检出限

本方法的回收率和检出限试验结果参见附录 A。

8 试验报告

试验报告应说明：

- 识别被测试样需要的所有信息；
- 参照本标准所使用的试验方法；
- 测定结果，包括各单次测定结果及其平均值；
- 与本标准规定的分析步骤的差异；
- 在试验中观察到的异常现象；
- 试验日期；
- 测定人员。

附 录 A
(资料性附录)
方法的回收率和检出限

A.1 回收率试验结果

回收率试验结果见表 A.1。

表 A.1 回收率试验结果(*n*=5)

化合物名称	原含量/ μg	加入标样量/ μg	回收率/%	相对标准偏差/%
乙酸乙烯酯	127.47	88.00	101	2.17

A.2 检出限试验结果

检出限试验结果见表 A.2。

表 A.2 检出限试验结果
单位为克每千克

化合物名称	定性检出限	定量检出限
乙酸乙烯酯	0.002	0.006

附 录 B
(资料性附录)
色 谱 图

B.1 标准溶液的顶空-气相色谱图

标准溶液的顶空-气相色谱图见图 B.1。

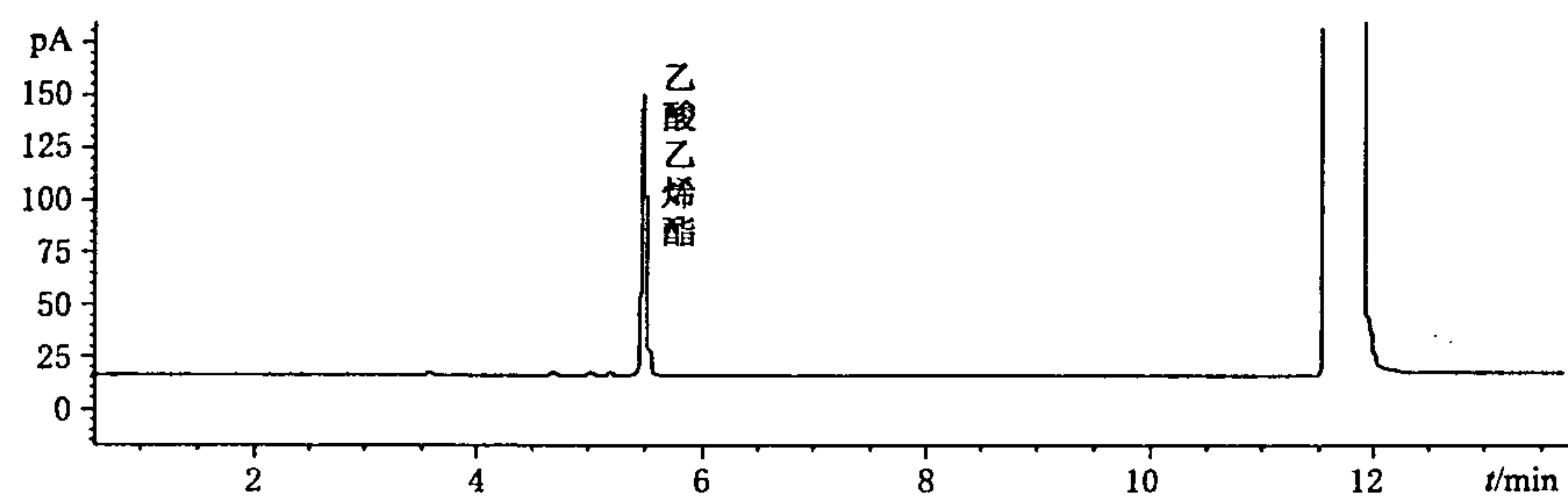


图 B.1 标准溶液色谱图

B.2 烟用白乳胶实样的顶空-气相色谱图

烟用白乳胶实样的顶空-气相色谱图见图 B.2。

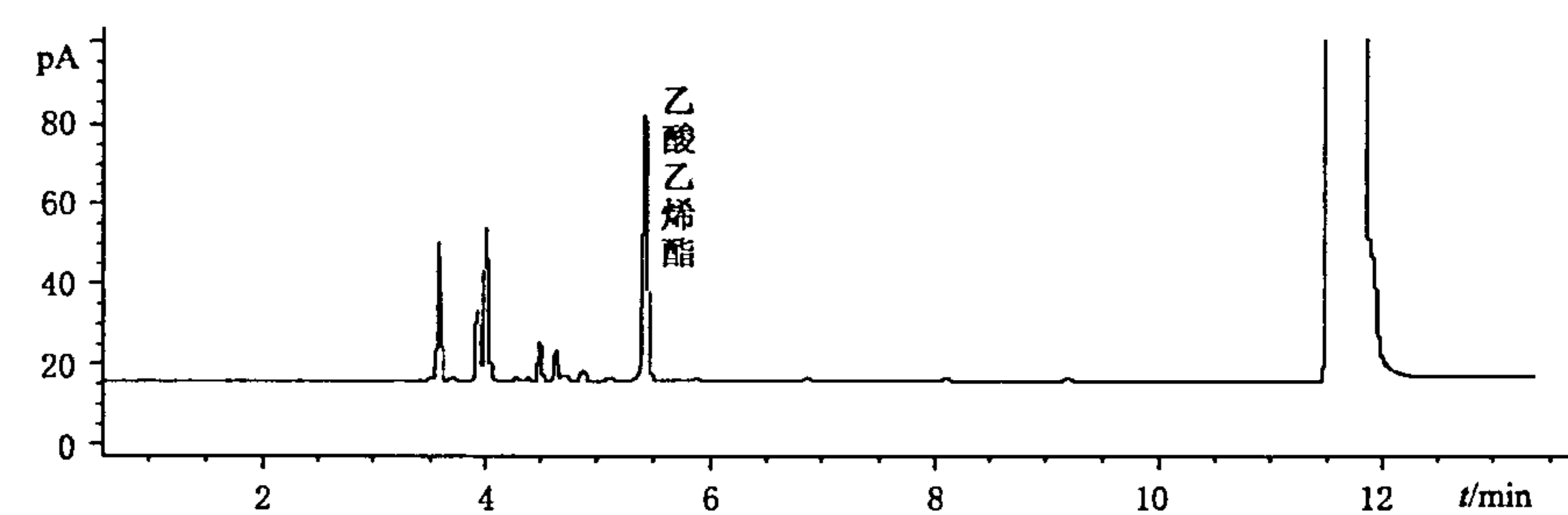


图 B.2 烟用白乳胶实样色谱图