

# 烟用接装纸中非挥发性物质总迁移量测定方法的改进

徐光忠<sup>1</sup>, 章平泉<sup>1</sup>, 陶海涛<sup>2</sup>, 李青<sup>1</sup>, 张海<sup>2</sup>, 李春雷<sup>2</sup>, 丁超<sup>2\*</sup>

(1. 江苏中烟工业有限责任公司淮安卷烟厂, 淮安 223002; 2. 江苏中烟工业有限责任公司徐州卷烟厂, 徐州 221005)

**摘要:** **目的** 提高烟用接装纸中非挥发性物质总迁移量的测试效率。**方法** 对标准 GB 31604.8-2016 中测试方法进行改进, 通过考察接装纸迁移前后的质量变化, 从而得出接装纸中非挥发性物质总迁移量, 建立一种新的烟用接装纸中非挥发性物质总迁移量的测试方法, 并采用该方法测定 15 个样品的含量。**结果** 样品的检测时间由原来 10 h 缩短至 6 h。一次检测样品数量由 1 个增加至 5 个, 减少了分析设备, 降低了能耗。改进后方法的相对标准偏差小于 10.0%。**结论** 标准与建立的方法的测试结果无显著性差异, 改进后的方法完全适用于烟用接装纸中非挥发性物质总迁移量的快速测定。

**关键词:** 烟用接装纸; 非挥发性物质; 总迁移量

## Improvement of determination method for overall migration of nonvolatile substances in tipping paper for cigarette

XU Guang-Zhong<sup>1</sup>, ZHANG Ping-Quan<sup>1</sup>, TAO Hai-Tao<sup>2</sup>, LI Qing<sup>1</sup>, ZHANG Hai<sup>2</sup>,  
LI Chun-Lei<sup>2</sup>, DING Chao<sup>2\*</sup>

(1. Huaian Cigarette Factory, China Tobacco Jiangsu Industrial Co. Ltd., Huai'an 223002, China; 2. Xuzhou Cigarette Factory, China Tobacco Jiangsu Industrial Co. Ltd., Xuzhou 221005, China)

**ABSTRACT: Objective** To improve of standard method for determination of overall migration of nonvolatile substances in tipping paper for cigarette. **Methods** The GB 31604.8-2016 method was improved. By investigating the quality changes of the tipping paper for cigarette before and after migration, overall migration of nonvolatile substances was obtained. A new method of determination of overall migration of nonvolatile substances in tipping paper for cigarette was developed. Then 15 samples were determined by the established method. **Results** The testing time was shortened from 10 h to 6 h. The number of samples increased from 1 to 5 in a set of equipment, and the analysis equipment and power consumption were reduced significantly. The relative standard deviations of improved method were below 10.0%. **Conclusion** There is no significant difference in the test results between the established method and GB 31604.8-2016 standard method. It is suitable for the rapid analysis of overall migration amount of nonvolatile substances in tipping paper for cigarette.

**KEY WORDS:** tipping paper for cigarette; nonvolatile substances; overall migration

\*通讯作者: 丁超, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为卷烟烟气分析。E-mail: f509712@126.com

\*Corresponding author: DING Chao, Master, Senior Engineer, Xuzhou Cigarette Factory, China Tobacco Jiangsu Industrial Co., Ltd. No.80, Huancheng Road, Gulou District, Xuzhou 221005, China. E-mail: f509712@126.com

## 1 引言

烟用接装纸与唾液直接接触,其溶出的物质中可能含有的有害成分会进入人体内并通过胃液的消化而被人体吸收,从而影响吸烟者的健康<sup>[1-4]</sup>。为确保食品安全和维护消费者的健康,国内外对食品包装材料中相关成分的迁移量进行了限制:欧盟和美国等国家规定与制品接触的材料在正常或可预见的使用条件下其成分向食品中的迁移量不得危害人类健康<sup>[5-8]</sup>;我国国家标准 GB 9687-1988 等相关标准<sup>[9-12]</sup>、均对蒸发残渣(类似总迁移量指标)进行了相关的规定。由于烟用接装纸与唾液直接接触,而唾液与水基食品相似度较高,关于水基食品包装材料中总迁移量测试有 EN 1186-3:2002 等标准<sup>[13-15]</sup>。烟草行业按照国家标准<sup>[16]</sup>进行接装纸中非挥发性物质总迁移量的测定,该方法依据欧盟关于食品接触材料的向食品中的迁移模拟试验的法规 and 标准要求,根据烟用接装纸与人体接触的特点,以及统筹考虑与行业拟制定的“烟用材料物质特定迁移量的测定”标准的协调性,提出利用差重法建立适宜于烟用接装纸的检测方法。但该方法操作繁琐,耗时( $\geq 10$  h),能耗较大,不适合批量快速测试,且难以清除烘烤后蒸发皿内壁的残留物,对后续测试带来一定的影响。因此,本试验对该标准方法的测试原理和步骤进行了必要的改进,建立了一种快速、高效地检测烟用接装纸中非挥发性物质总迁移量的方法。

## 2 材料与方法

### 2.1 材料与仪器

选用日常检验的烟用接装纸样品 15 个(淮阴卷烟厂提供)。

H·SY11-Ni 四孔数显电热恒温水浴锅(北京市长风仪器仪表公司);HG101-2 型恒温干燥箱(南京实验仪器厂);AE-100 型电子分析天平(感量 0.0001 g,英国梅特勒-托利多仪器有限公司)。

### 2.2 试验方法

#### 2.2.1 称量盒恒重准备

将洁净的称量盒打开盖子,一同放入烘箱中,在 105 °C 下放置 30 min。加盖取出蒸发皿,放入干燥器中冷却至室温(约 30 min),称量,精确至 0.001 g。将称量盒重新放入烘箱,重复上述操作,直至 2 次称量结果变化不超过 0.5 mg。移取称量盒时应戴干净棉手套,避免手与称量盒直接接触。

#### 2.2.2 迁移装置准备

取 2 支玻璃管,用量筒分别量取 100 mL 水倒入每支玻璃试管中,后将玻璃试管置于烘箱或恒温水浴中平衡,使玻璃试管中水温稳定在 40 °C。

#### 2.2.3 迁移试验

将样品放在剪切板上,宽度方向全部计入,长度偏差应在 $\pm 1$  mm 之内,裁切 1 dm $\times$ 1 dm 试样。取 4 张裁好的试样称重,取出 2 张试样分别穿孔挂在支撑架上,向 2 支含 100 mL 水的玻璃管中各加入 1 份试样,试样应完全浸没于模拟物水中,并充分接触。盖上塞子后置于烘箱或恒温水浴中 30 min。

#### 2.2.4 样品处理

迁移试验结束后取出试样,将试样中的水尽量流回至迁移试管后,放入准备好的已恒重的称量盒内;剩余 2 张试样分别直接放入已恒重的称量盒内。2 部分同时置于烘箱中,在(105 $\pm$ 1) °C 下放置 30 min 后,称量盒加盖取出置于干燥器中冷却至室温称量,结果精确至 0.1 mg。将称量盒重新置于烘箱中,重复上述操作,直至两次称量结果变化不超过 0.5 mg。

#### 2.2.5 结果计算

在上述实验条件下,105 °C 下的接装纸非挥发性物质与接装纸比值的计算公式如式(1)所示。

$$\chi = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \quad (1)$$

式(1)中, $\chi$  为 105 °C 条件下试样中非挥发性物质与接装纸总量的比值; $m_1$  为未参加迁移实验,在 105 °C 下恒重后的试样与称量皿质量之和,g; $m_2$  为恒重后称量盒质量,g; $m_3$  为未参与迁移试验样品质量,g; $\chi$  的 2 次平行测定结果绝对值之差应小于 0.01 g。

试样的非挥发性物质总迁移量的计算公式如式(2)所示。

$$M = \frac{[m_4 \times \chi - (m_5 - m_6)]}{S} \times 1000 \quad (2)$$

式(2)中, $M$  为接装纸试样中非挥发性物质总迁移量,mg/dm<sup>2</sup>; $m_4$  为参与迁移实验前样品的质量,g; $\chi$  为 105 °C 条件下试样中非挥发性物质与接装纸总量的比值; $m_5$  为迁移实验后,在 105 °C 条件下恒重后的试样与称量盒子质量之和,g; $m_6$  为恒重后的称量盒质量,g; $S$  为样品裁剪面积,dm<sup>2</sup>。以 2 次平行测定的算术平均值作为测定结果,精确至 0.1 mg/dm<sup>2</sup>,2 次平行测定结果绝对值之差应小于 1 mg/dm<sup>2</sup>。

## 3 结果与讨论

### 3.1 非挥发性物质含量的测试

测定烟用接装纸非挥发性物质的总迁移量标准的原理,是将烟用接装纸试样与模拟水按照规定时间、温度和接触比例进行浸没接触,之后将浸提液转移至蒸发皿并蒸干,利用差重法计算残留物的含量,得出以水作为模拟物,从而计算出烟用接装纸非挥发性物质的总迁移量。这种利用差重法计算残留物的质量,直接获得结果的方法,着重研究迁移试验后溶液中迁移物质的量(图 1)。长

达 4 h 不沸腾的蒸发溶液过程,使得测定总时间长达 10 h 左右。此外试验使用二级水,其 100 mL 的蒸发残渣为 1.0 mg 左右<sup>[17]</sup>,需要进行空白试验,所需迁移装置增加,不利于批量处理。

为了缩短试验时间,减少所需迁移装置,改进的方法着重关注接装纸迁移前后的质量变化(图 2),间接计算残留物的质量,得出试验结果。通过增加未迁移时试样中非挥发性物质与接装纸总量的比值,计算出参加迁移前接装纸的非挥发性物质的含量,与通过参加迁移试验接装纸得到的迁移后 105 ℃时的非挥发性物质的含量之差,即可间接得到该接装纸非挥发性物质的总迁移量。接装纸未参加迁移试验的部分与参加迁移试验的部分在 105 ℃时的净含量测试条件相同,可同时进行。试验使用改进方法对接装纸中非挥发性迁移总量进行了测试,并与标准方法对比。结果见表 1,表 1 表明,采用标准法测定一个样品中非挥发性迁移总量需要 10 h,而采用本方法,一批 5 个样品的测定仅需要 6 h。因此,采用改进的间接方法进行样品的测定,不仅明显缩短分析时间,提高检测效率,且降低了能耗。

3.2 精密度试验

选取 10 个接装纸样品,采用本方法测定其非挥发性物质总迁移量(每个样品平行测定 6 次),结果见表 2,表 2

表明,所有样品的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)均小于 10.0%,说明本方法的精密度较好,能满足日常检测的需要。

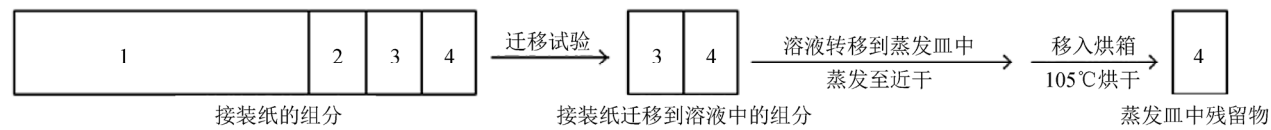
3.3 测试结果的对比

3.3.1 测定结果的对比

分别采用本方法和标准方法分别测定 15 个接装纸样品中非挥发性物质总迁移量的含量,结果见表 3,2 种方法的测试结果的绝对偏差均小于 1.0 mg/dm<sup>2</sup>。同时本方法对 2 种方法的测试结果进行 *t* 检验。得 *t* 值为 1.227,查 *t* 分布表<sup>[18]</sup>得 *t*<sub>0.05</sub>(14) = 2.145。由于 *t* < *t*<sub>0.05</sub>(14),说明本方法与国标方法结果之间不存在显著性差异。

3.3.2 能耗和时耗的对比

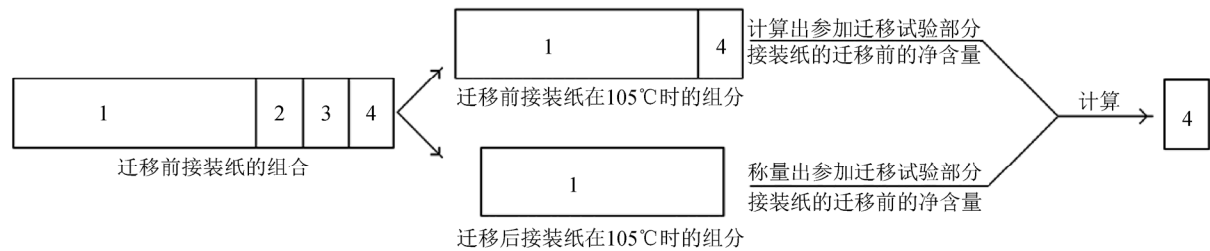
在实验室现有条件下,采用本方法和标准方法分别测定 15 个接装纸样品的非挥发性物质总迁移量,同时对测试所需的称量盒、蒸发皿、恒温水浴锅数量、总测定时间(包括迁移时间、恒重时间和蒸发时间)、能耗和测试成本进行对比分析。结果见表 4,与标准方法相比,按照烘箱一次可以放置 20 个称量盒,采用本方法一次可同时测定 5 个样品,不仅大幅度缩短了测定时间,大幅提高了工作效率,而且显著降低了仪器需用量和能耗,降低了分析成本,符合节能减排的要求。



注: 1. 基质; 2. 105 ℃以下挥发的水中不溶解组分; 3. 105 ℃以下挥发的水中溶解组分(包括水); 4. 迁移物质

图 1 测定接装纸中非挥发性迁移总量标准法的原理

Fig. 1 Principle of standard method for determination of nonvolatile transport in assembly paper



注: 1. 基质; 2. 105 ℃以下挥发的水中不溶解组分; 3. 105 ℃以下挥发的水中溶解组分(包括水); 4. 迁移物质

图 2 测定接装纸中非挥发性迁移总量本方法的原理示意图

Fig. 2 Schematic diagram of established method for determination of nonvolatile transport in assembly paper

表 1 烟用接装纸中非挥发性物质总迁移量(mg/dm<sup>2</sup>)  
Table 1 Total volatile matter transport rate in cigarette tipping paper (mg/dm<sup>2</sup>)

| 测定方法 | 恒重时间(h) | 迁移时间(h) | 蒸发时间(h) | 测定总时间(h) | 总迁移量 |
|------|---------|---------|---------|----------|------|
| 标准法  | 5.5     | 0.5     | 4       | 10.0     | 6.1  |
| 本方法  | 5.5     | 0.5     | 0       | 6.0      | 6.3  |

表 2 本方法的精密度试验( $n=6$ )  
Table 2 Precision test of method ( $n=6$ )

| 接装纸编号  | 非挥发性物质总迁移量 (mg/dm <sup>2</sup> ) |     |     |     |     |     | 平均值(mg/dm <sup>2</sup> ) | SD 值(mg/dm <sup>2</sup> ) | RSD(%) |
|--------|----------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|--------------------------|---------------------------|--------|
| 接装纸 1  | 1.9                              | 1.8 | 1.9 | 2.0 | 1.9 | 1.9 | 1.9                      | 0.08                      | 4.08   |
| 接装纸 2  | 0.2                              | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.3 | 0.2                      | 0.02                      | 9.64   |
| 接装纸 3  | 4.1                              | 4.4 | 4.6 | 4.3 | 4.5 | 4.3 | 4.4                      | 0.17                      | 3.96   |
| 接装纸 4  | 1.4                              | 1.2 | 1.2 | 1.3 | 1.0 | 1.2 | 1.2                      | 0.11                      | 9.18   |
| 接装纸 5  | 3.4                              | 3.5 | 3.2 | 3.4 | 3.5 | 3.3 | 3.4                      | 0.12                      | 3.46   |
| 接装纸 6  | 2.9                              | 2.7 | 2.8 | 2.7 | 2.7 | 3.0 | 2.8                      | 0.13                      | 4.52   |
| 接装纸 7  | 6.0                              | 6.0 | 6.1 | 6.2 | 5.9 | 5.9 | 6.0                      | 0.13                      | 2.15   |
| 接装纸 8  | 0.7                              | 0.6 | 0.7 | 0.6 | 0.7 | 0.7 | 0.7                      | 0.04                      | 6.55   |
| 接装纸 9  | 0.1                              | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.2 | 0.1                      | 0.01                      | 9.61   |
| 接装纸 10 | 7.2                              | 7.2 | 7.3 | 7.3 | 7.2 | 7.0 | 7.2                      | 0.11                      | 1.47   |

表 3 标准法和本方法测试结果的对比分析(mg/dm<sup>2</sup>)  
Table 3 Comparison of test results between standard method and the established method(mg/dm<sup>2</sup>)

| 样品    | 标准法 | 本方法 | 绝对偏差 | 样品     | 标准法 | 本方法 | 绝对偏差 |
|-------|-----|-----|------|--------|-----|-----|------|
| 接装纸 1 | 2.1 | 2.2 | 0.1  | 接装纸 9  | 0.1 | 0.2 | 0.1  |
| 接装纸 2 | 0.2 | 0.2 | 0.0  | 接装纸 10 | 7.2 | 7.5 | 0.3  |
| 接装纸 3 | 4.4 | 4.4 | 0.0  | 接装纸 11 | 8.5 | 8.7 | 0.2  |
| 接装纸 4 | 1.3 | 1.2 | 0.1  | 接装纸 12 | 2.6 | 2.7 | 0.1  |
| 接装纸 5 | 3.5 | 3.6 | 0.1  | 接装纸 13 | 1.6 | 1.6 | 0.0  |
| 接装纸 6 | 2.9 | 2.8 | 0.1  | 接装纸 14 | 0.8 | 0.8 | 0.0  |
| 接装纸 7 | 6.0 | 6.2 | 0.2  | 接装纸 15 | 7.4 | 7.2 | 0.2  |
| 接装纸 8 | 0.7 | 0.7 | 0.0  |        |     |     |      |

表 4 标准法和本方法所需设备及能耗和时耗比较  
Table 4 Comparison of energy consumption and time consumption between standard method and the established method

| 测定方法 | 称量对象 | 测定组数<br>(组) | 称量盒<br>(个) | 带盖蒸发皿<br>(个) | 具塞玻璃试管<br>(个) | 电炉<br>(个) | 测定总时间<br>(h) | 电耗<br>(kW·h) |
|------|------|-------------|------------|--------------|---------------|-----------|--------------|--------------|
| 标准法  | 蒸发皿  | 5           | /          | 55           | 55            | 5         | 50           | 420          |
| 本方法  | 称量盒  | 3           | 60         | /            | 30            | /         | 18           | 72           |

4 结 论

采用本方法测定烟用接装纸中非挥发性物质总迁移量,即通过测定样品转移前后的质量,间接获得试验结果。该法称量方便,而且可以减少设备的投入,缩短试验时间,降低电耗和分析成本。

参考文献

[1] 周国泰. 危险化学品安全技术全书[M]. 北京: 化学工业出版社, 1997.

Zhou GT. Encyclopedia of hazardous chemicals safety technology [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 1997.  
[2] 何凤生. 中华职业医学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1999.  
He FS. Chinese Occupational Medicine [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1999.  
[3] 庞永强, 李雪, 罗彦波, 等. 接装纸和成型纸透气度对卷烟中元素迁移行为的影响[J]. 烟草科技, 2015(6): 64–67, 72.  
Pang YQ, Li X, Luo YB, *et al.* Influence of filler and molding paper on the migration of elements in cigarettes [J]. Tobacco Sci Technol, 2015(6): 64–67, 72.

- [4] 李韵, 汪宏毅, 廖晓玲, 等. LC-MS/MS法测定烟用接装纸中18种邻苯二甲酸酯[J]. 烟草科技, 2013, (12): 31-35.  
Li Y, Wang HY, Liao XL, *et al.* LC-MS/MS determination of 18 kinds of phthalate two formic acid esters in tobacco filled paper [J]. Tobacco Sci Technol, 2013, (12): 31-35.
- [5] Regulation (EC) No 1935/2004 of the European parliament and of the council of 27 October 2004-On materials and articles intended to come into contact with food and repealing Directives 80/590/EEC and 89/109/EEC [S].
- [6] Commission Directive 2002/72/EC of 6 August 2002 relating to plastic materials and articles in tended to come into contact with foodstuffs [S].
- [7] Commission Regulation (EU) No 10/2011 of 14 January 2011 on plastic materials and articles intended to come into contact with food [S].
- [8] 21 CFR 176.170: Components of paper and paperboard in contact with aqueous and fatty foods [S].
- [9] GB 9687-1988 食品包装用聚乙烯成型品卫生标准[S].  
GB 9687-1988 Hygienic Standard for polyethylene moldings for food packaging [S].
- [10] GB/T 27589-2011 纸餐盒[S].  
GB/T 27589-2011 Paper lunch boxes [S].
- [11] GB/T 27590-2011 纸杯[S].  
GB/T 27590-2011 Paper cups [S].
- [12] GB/T 27591-2011 纸碗[S].  
GB/T 27591-2011 Paper bowl [S].
- [13] EN 1186-3:2002 与食品接触的材料和物品-塑料 [S].  
EN-1186-3:2002 Materials and articles in contact with foodstuffs-Plastics [S].
- [14] GB/T 5009.60-2003 食品包装用聚乙烯、聚苯乙烯、聚丙烯成型品卫生标准的分析方法[S].  
GB/T 5009.60-2003 Analytical methods for hygienic standard for polyethylene, polystyrene and polypropylene moldings used in food packaging [S].
- [15] SN/T 2335-2009 食品接触材料高分子材料水性食品模拟物中总迁移量的试验方法 全浸没法[S].  
SN/T 2335-2009 Standard test method for total migration of food contact materials, polymers, aquatic food stimulants-Full immersion [S].
- [16] GB 31604.8-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品[S].  
GB 31604.8-2016 Food Safety National Standards-Food contact materials and products [S].
- [17] GB/T 6682-2008 分析实验室用水国家标准[S].  
GB/T 6682-2008 National standard of water in analysis laboratory [S].
- [18] 方萍, 何延. 试验设计与统计[M]. 杭州: 浙江大学出版社, 2003.  
Fang P, He Y. Experimental design and statistics [M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2003.

(责任编辑: 姜 珊)

## 作者简介



徐光忠, 硕士, 工程师, 主要从事烟草化学分析。  
E-mail: 2458680465@qq.com



丁 超, 工程师, 主要研究方向为卷烟烟气分析。  
E-mail: f509712@126.com