

BB

中华人民共和国包装行业标准

XX/T XXXXX—XXXX

折叠纸盒

Folding carton

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

发 布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国包装联合会提出。

本文件由全国包装标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

折叠纸盒

1 范围

本文件给出了折叠纸盒的分类、规定了技术要求、检验规则、标识、包装、运输和贮存，描述了试验方法。

本文件适用于折叠纸盒的生产、检验和使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 7705 平版装潢印刷品
GB/T 7706 凸版装潢印刷品
GB/T 7707 凹版装潢印刷品
GB/T 18348 商品条码 条码符号印制质量的检验
GB/T 23704 二维条码符号印制质量的检验
GB/T 27934.1 纸质印刷品覆膜过程控制及检测方法 第1部分：基本要求
GB/T 45456-2025 包装 折叠纸盒折痕挺度的测定
HJ 2541 环境标志产品技术要求 胶粘剂
YC/T 330 卷烟条与盒包装纸印刷品
YC 270 烟用纸张中溶剂残留的测定 顶空-气相色谱质谱联用法
CY/T 3 色评价照明和观察条件

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

折叠纸盒 folding carton

将卡纸通过模切压痕等工艺，可折叠成片状，使用时可成型的纸板盒。

[来源：GB/T 34053.6—2017，3.1，有修改]

3.2

折痕挺度 crease stiffness

将纸板沿压痕线向成型方向弯折一定角度，所产生的抗弯折变形的能力。

[来源：GB/T 45456—2025，3.2]

3.3

开盒力 opening force

打开折叠纸盒所需要的最小力。

4 分类

- 4.1按包装产品可分为烟包、药包、酒包、食品和日化包装。
- 4.2按印刷方式可分为平板印刷、柔版印刷和凹版印刷。

5 技术要求

5.1 外观

- 5.1.1 箱体无变形，表面洁净无污渍及其他明显缺陷。
- 5.1.2 版面整洁，文字、图案、标识准确清晰；无缺笔断划、重影、变形，无漏印、错印、积墨、露底、脱色、掉墨。
- 5.1.3 条码字符端正清晰，无虚码、断码、晕边；打码区域膜层无烧穿、龟裂、发黑、脱层。
- 5.1.4 覆膜膜面平整无气泡、褶皱、针孔、划伤，贴合紧密无空鼓、分层、缺膜；膜边裁切整齐，无卷边、翘边、余膜。
- 5.1.5 烫印定位准确，边缘光洁，附着牢固；凹凸定位准确，饱满、无压裂。
- 5.1.6 切口应光洁；压痕线应居中饱满、无裂痕
- 5.1.7 粘口无溢胶、缺胶、开胶；锁底、插舌结构完好，开合顺畅，无松垮、卡滞现象。贴窗施胶均匀，内外不溢胶，贴合牢固。
- 5.1.8 无明显异味。

5.2 尺寸偏差

折叠纸盒尺寸偏差应符合表1的要求。

表 1 尺寸偏差

单位为毫米

项目		烟包		药包、日化包装及其他包装	
模切成型尺寸偏差/mm 模切位置偏差/mm		成品类型	模切尺寸偏差	单边尺寸	模切尺寸偏差
		盒	±0.3	≤200	±0.5
		条	±0.5	>200	±1.0
套印误差/mm	胶印	≤0.15			
	凹印	≤0.20			
	丝印	≤0.25			
	柔印	≤0.20			
烫印误差/mm		≤0.20		主要位置： 日化≤0.20 药品≤0.3 酒盒≤0.35 其他包装≤0.50 次要位置≤0.50	
压凹凸误差/mm		≤0.20		主要位置： 日化≤0.3,药品≤0.5,酒盒≤0.8,其他≤1.0 次要位置： 日化≤0.5,药品≤0.8,酒盒≤1.0,其他≤1.0	
粘盒偏差		—		药盒偏差≤0.5,喇叭口及差线要求≤0.3,其它盒偏差≤1.0 产品成型后,盒子色位上下、左右尺寸偏位:药盒≤0.5,酒盒≤1.0,日化≤1.0、其他≤1.0	

5.3 物理指标

折叠纸盒物理性能要求应符合表2的要求。

表 2 物理性能要求

项目	要求	
商品条码符号等级	≥3.0/06/670 ^a	
粘合	撕开粘合位纸面破坏率≥80%	
静摩擦系数	0.315±0.150 0.2±0.05 ≤0.5（0.2~0.35）	≤0.4 ≤0.5（0.2~0.35）
动摩擦系数	0.3 0.18±0.05	
同色色差（仪器法）/ <i>CIEL* a*b*</i>	烟包	药包、日化包装及其他包装
	普通纸印刷品 ^b ΔE* _{ab} ≤1.5 特殊纸张印刷品 ^c ΔE* _{ab} ≤2.0	专色ΔE<1.0 过胶、磨砂ΔE<2.0 同一批产品专色色差ΔE<2.5 LAB单个值ΔE<3.0
非覆膜墨层耐磨性/%	≥70	
横纵向折痕挺度比	纵横比1.0~1.2	
D65荧光亮度/%	≤1.0	
开盒力 ^d /N	≤20	
^a 3.0是符号等级值；06是测量孔径标号（测量孔径为0.15mm）；670为测量光波长，单位为nm，允许偏差为±10nm。 ^b 普通纸张包括铜版纸、白卡纸。 ^c 特殊纸张包括转移铜版纸、转移卡纸、复合卡纸、醋酸纤维素纸、光刻纸等。 ^d 仅适用于需自动包装生产线的糊盒产品		

5.4 化学指标

折叠纸盒中烟包的化学评价指标应符合表3的要求，其他包装应符合相关标准要求。

表 3 化学指标

产品类型	项目		要求
烟包	溶剂残留总量 ^a /mg/m ²		≤60
	溶剂杂质	总量/mg/m ²	≤6
		苯系物 ^b /mg/m ²	≤0.6
		苯/mg/m ²	≤0.01
	甲醛/mg/kg		≤75
	邻苯二甲酸酯总量/mg/kg		≤100
	特定芳香胺总量/mg/kg		≤20
^a 溶剂残留总量是指除乙醇以外许可使用溶剂残留量与溶剂杂质残留量之和。 ^b 苯系物为甲苯、乙苯、二甲苯。			

6 试验方法

6.1 检测条件

6.1.1 外观、物理指标的检验条件

试样应在温度为(23±5)℃，相对湿度(60⁺¹⁵₋₁₀)%，无紫外光照射环境中放置 8h 以上进行检测。

6.1.2 观样条件

观样光源符合CY/T 3的规定，光源与操作台面相距800mm左右，观察者眼睛与目视部位相距400mm左右。

6.2 外观要求

将试样放在6.1.2观样条件下，进行目测鉴定。

6.3 模切尺寸偏差

按GB/T 7705—2008中6.3规定的方法进行测量。

6.4 套印误差

按YC/T 330—2014中6.9规定的方法进行测量。

6.5 烫印误差

按YC/T 330—2014中6.9规定的方法进行测量。

6.6 压凹凸误差

按YC/T 330—2014中6.9规定的方法进行测量。

6.7 粘盒偏差

将试样放在6.1.2光源下，用精度为0.01mm的20倍读数放大镜分别测量试样粘合偏差各3点，取其最大值，作为该试样粘盒偏差。

6.8 商品条码符号等级

按GB/T 18348规定的方法进行检验。

6.9 粘合

用手撕纸盒粘接处，纸张纤维80%以上应断裂。

6.10 静摩擦系数

按GB/T 22895规定的检测方法进行测量。

6.11 同色色差（仪器法）

按GB/T 7705—2008中6.6规定的方法进行检测。

6.12 墨层耐磨性

按GB/T 7705—2008中6.8规定的方法进行检测。

6.13 折痕挺度

按GB/T 45456规定的方法进行检测。

6.14 D65 荧光亮度

按GB/T 7974规定的方法进行检验。

6.15 开盒力

按附录A的方法进行检测。

6.16 溶剂残留总量

按YC/T 207规定的方法进行测量。

6.17 溶剂杂质

按YC/T 207规定的方法进行测量。

6.18 甲醛、邻苯二甲酸酯总量、特定芳香胺总量

按附录B规定的方法进行检测。

7 包装、运输和贮存

7.1 包装

7.1.1 标识

每件产品明显部位应贴合格标签，有用户单位、产品名称、规格、数量、编号、重量、生产日期、生产企业名称等相关信息。

7.1.2 包装要求

根据合同要求或使用相应包装材料进行包装，确保包装牢固且易于搬运。

7.2 运输

折叠纸盒运输时应防潮、防晒、防雨淋，不可乱扔、砸、踩踏和挤压，不得与化学药品、污染品、腐蚀性气液体同装，须确保整个运输过程安全、可靠。

7.3 贮存

折叠纸盒贮存环境通风防潮、防晒、防尘、防霉、防腐蚀气、防液体等，温度和相对湿度满足产品贮存要求。贮存期从生产日期开始不宜超过12个月。

附录A

开盒力测试方法

(规范性)

A.1 仪器

纸盒开合力测定仪应符合JJG 139的规定。仪器以 (10 ± 1) mm/min的恒定速率对扁平的纸盒试样进行挤开压缩，并记录最大力值。

测力系统应能准确至其读数的 $\pm 1\%$ 或 $\pm 0.1\text{N}$ ，取精度较高者。

纸盒开合力测定仪应满足以下要求：

- 上下支撑为V型槽，开口角度 120° ；
- 测试速度 (10 ± 1) mm/min。

A.2 试样的采取和处理

试样的采取按GB/T 450的规定进行。

试样应在GB/T 10739规定的条件下进行处理、试样制备和试验。

A.3 测试步骤

调整开合力测定仪夹具的间距，以恰好放入试样为宜，将扁平的纸盒试样放置在测量夹具的V型槽位置，见图A.1所示。

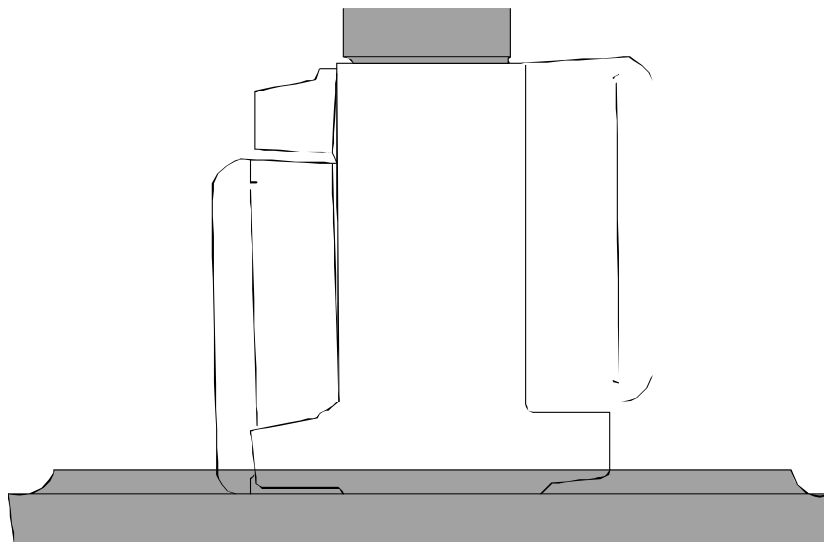


图 A.1 开合力检测示意图

启动纸盒开合力测定仪，以 (10 ± 1) mm/min的速度压缩试样，直至扁平试样被打开，记录打开过程的最大力值，精确至0.1 N。

A.4 计算与结果表示

分别测试10组试样并记录开合力的平均值，以牛顿(N)表示，结果保留一位小数。

附录 B

(规范性)

甲醛、邻苯二甲酸酯总量、特定芳香胺总量的测定

B.1 抽样与样品抽取

B.1.1 以同一交收批、同一类型、同一规格的卷烟条与盒包装纸为一个检查批。

B.1.2 从检查批中随机抽取三个包装单元（箱或托盘）。

B.1.3 对平张条与盒包装纸，从三个包装单元（B.1.2）中，各随机抽取一包（扎或捆），共取三包（扎或捆），从各包随机抽取 20 张，共取三份，作为其他检验项目样品。对卷盘盒包装纸，从三个包装单元（B.1.2）中各随机抽取一卷，共取三卷，从每卷表面第一层开始，切取 20 张印刷完整的包装纸，共取三份，作为其他检验项目样品。分别密封包装，避免样品污染。

注：三份样品，其中一份测定用，另外两份作为备用样品。

B.1.4 试样包装上应至少标明以下信息：

- 样品名称；
- 相关技术指标和产品指标标称值；
- 生产厂家；
- 生产日期；
- 抽样日期；
- 抽样地点；
- 抽样人。

B.2 甲醛的测定

B.2.1 原理

用水萃取样品中的甲醛，通过 2,4-二硝基苯肼衍生形成腙后，用高效液相色谱仪/紫外检测器测定，外标法定量。

B.2.2 试剂

B.2.2.1 水，GB/T 6682，一级。

B.2.2.2 乙腈，色谱纯。

B.2.2.3 磷酸，质量分数 $\geq 85\%$ 。

B.2.2.4 2,4-二硝基苯肼，纯度 $\geq 97\%$ 。

B.2.2.5 衍生化试剂制备。准确称取 0.01g 2,4-二硝基苯肼（B.2.2.4）于 100mL 棕色容量瓶中，精确至 0.1mg，加入 5mL 磷酸（B.2.2.3）后用乙腈（B.2.2.2）定容。

B.2.2.6 甲醛—2,4-二硝基苯腙（甲醛—DNPH），纯度 $\geq 99.9\%$ 。

B.2.3 标准溶液

B.2.3.1 混合标准储备溶液

准确称取 10 mg 的甲醛-2,4-二硝基苯腙 (B.2.2.6)，精确至 0.1 mg，用乙腈 (B.2.2.2) 溶解并定容于 100 mL 容量瓶中，配制成浓度为 0.1 mg/mL 的混合标准储备液。在 0 °C~4 °C 条件下密封避光贮存，有效期 1 个月。

B.2.3.2 混合标准溶液

准确称取 10 mL 混合标准储备溶液 (B.2.3.1) 于 100 mL 容量瓶中，用乙腈 (B.2.2.2) 定容，配制成浓度为 0.01 mg/mL 的混合标准溶液，现配现用。

B.2.3.3 系列标准工作溶液

根据样品实际含量配制合适浓度的系列标准工作溶液。系列标准工作溶液应以乙腈 (B.2.2.2) 为溶剂，采用混合标准溶液稀释制备系列标准工作溶液。推荐如下配制方法：分别准确移取 100 μ L、200 μ L、500 μ L、1000 μ L、4000 μ L 混合标准溶液 (B.2.3.2) 至 10 mL 容量瓶中，用乙腈 (B.2.2.2) 定容，现配现用。所配制的系列标准工作溶液中甲醛的浓度为 0.014 mg/L、0.028 mg/L、0.071 mg/L、0.142 mg/L、0.569 mg/L。

B.2.4 仪器

B.2.4.1 高效液相色谱仪，配紫外检测器。

B.2.4.2 分析天平，感量为 0.1 mg。

B.2.4.3 0.45 μ m 有机相滤膜。

B.2.4.4 各种规格移液管、移液枪、棕色容量瓶、棕色样品瓶、具塞三角瓶和离心管。

B.2.5 分析步骤

B.2.5.1 试样的制备

裁取方式按照 YC/T 207 的规定进行，即硬盒包装纸参照印刷压痕准确裁取主包装面，裁取面积应为 22.0 cm×5.5 cm；软盒包装纸（整张），面积应为 15.5 cm×10.0 cm；条包装纸应选取包装正面中央区域，裁取面积应为 22.0 cm×5.5 cm。

将裁剪下来的试样剪成 0.5 cm×0.5 cm 的碎片，混合均匀，置于干净的密封袋中待用，每个试样不少于 5 g。

B.2.5.2 萃取

准确称取 2 g 试样 (B.2.5.1)，精确至 0.1 mg，置于 100 mL 具塞三角瓶中，准确加入 50 mL 水 (B.2.2.1)，混合均匀，在 40 °C 条件下浸泡提取 24 h，然后准确称取 1.0 mL 上层清液于 10 mL 容量瓶中，加入 4 mL 衍生化试剂 (B.2.2.5) 后用乙腈 (B.2.2.2) 定容，摇匀后室温放置 30 min 进行衍生化，经 0.45 μ m 有机滤膜过滤后，进行 HPLC 分析。

B.2.5.3 空白实验

不加样品，重复 B.2.5.2 步骤，进行 HPLC 分析。

B.2.5.4 仪器条件

以下分析条件可供参考，采用其他条件应验证其适用性。

- 色谱柱，C18 反相色谱柱，规格：[250 mm（长度）× 4.6 mm（内径），5 μm（粒径）]。
- 流动相 A，水（B.2.2.1）。
- 流动相 B，乙腈（B.2.2.2）。
- 柱温，30 ℃。
- 柱流量，1.5 mL/min。
- 进样体积，10 μL。
- 流动相洗脱梯度见表 B.1。
- 检测器，紫外检测器，波长 365 nm。

表 B.1 梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.00	50	50
10.00	50	50
13.00	25	75
18.00	25	75
20.00	50	50

B.2.5.5 标准工作曲线绘制

分别取系列标准工作溶液（B.2.3.3）进 HPLC 分析，以各标准工作溶液中甲醛胺的响应峰面积为纵坐标，以各标准工作溶液中甲醛的浓度为横坐标，绘制甲醛的标准工作曲线，工作曲线线性相关系数 $R^2 > 0.99$ 。

每次试验均应制作标准曲线，每 20 次样品测定后应加入一个中等浓度的标准工作溶液，如果测得的值与原值相差超过 5%，则应重新进行标准工作曲线的制作。

B.2.5.6 样品测定

按照仪器条件（B.2.5.4）测定样品，由保留时间定性，外标法定量。每个样品平行测定两次，每批样品做一组空白。

若待测试样溶液的浓度超出标准工作曲线浓度范围，则对试样前处理适当调整后重新测定。

B.2.6 结果的计算与表述

样品中甲醛的含量按式（B.1）进行计算：

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times 10}{m} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

X ——试样中甲醛的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 C ——由标准工作曲线得出的甲醛浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
 C_0 ——由标准工作曲线得出的甲醛浓度空白值，单位为毫克每升（mg/L）；
 V ——萃取液体积，单位为升（L）；
 m ——试料质量，单位为千克（kg）；
10——稀释倍数。

以两次平行测定结果的算术平均值为最终测定结果，精确至 0.1 mg/kg。

两次平行测量结果的相对平均偏差应小于 10%。

B.2.7 回收率、检出限和定量限

本方法的回收率为 96.6%~99.7%，检出限为 1.5 mg/kg，定量限为 5.1 mg/kg。

B.3 邻苯二甲酸酯总量的测定

B.3.1 原理

向剪碎后的烟用纸张样品中加入含有内标物的异丙醇，超声提取，以气相色谱—质谱联用仪测定萃取液中的邻苯二甲酸酯，内标法定量。

B.3.2 试剂

B.3.2.1 水，GB/T 6682，一级。

B.3.2.2 丙酮。

B.3.2.3 异丙醇。

B.3.2.4 18 种邻苯二甲酸酯标准品，见表 B.2。

表 B.2 18 种邻苯二甲酸酯标准品纯度

序号	中文名称	纯度
1	邻苯二甲酸二甲酯	≥99.5%
2	邻苯二甲酸二乙酯	≥99.0%
3	邻苯二甲酸二烯丙酯	≥98.0%
4	邻苯二甲酸二异丁酯	≥99.0%
5	邻苯二甲酸二丁酯	≥99.0%
6	邻苯二甲酸二（2-甲氧基）乙酯	≥98.0%
7	邻苯二甲酸二（4-甲基-2-戊基）酯	≥99.0%
8	邻苯二甲酸二（2-乙氧基）乙酯	≥99.5%
9	邻苯二甲酸二戊酯	≥99.0%

10	邻苯二甲酸二己酯	≥98.0%
11	邻苯二甲酸丁基苯基酯	≥99.5%
12	邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯	≥96.0%
13	邻苯二甲酸二环己酯	≥99.5%
14	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	≥98.5%
15	邻苯二甲酸二苯酯	≥98.5%
16	邻苯二甲酸二正辛酯	≥99.5%
17	邻苯二甲酸二异壬酯	≥99.0%
18	邻苯二甲酸二壬酯	≥99.0%

B.3.2.5 苯甲酸苄酯（内标），纯度≥99.5%。

B.3.2.6 称取苯甲酸苄酯（B.3.2.5）（精确至0.1mg），以异丙醇（B.3.2.3）为溶剂配制成苯甲酸苄酯（B.3.2.5）浓度为10 mg/mL的内标溶液。于4℃条件下避光保存，有效期3个月。

B.3.3 标准溶液

B.3.3.1 标准储备液

分别称取邻苯二甲酸酯（精确至0.1 mg），以异丙醇（B.3.2.3）为溶剂配制成各邻苯二甲酸酯浓度为1 mg/mL的混合标准储备液。于4℃条件下避光保存，有效期3个月。

B.3.3.2 系列标准工作溶液

根据需要配制合适浓度的系列标准工作溶液。推荐如下配制方法：分别移取1000 μL、500 μL、250 μL、100 μL、40 μL标准储备液（B.3.3.1）于10 mL容量瓶中，然后准确加入50 μL内标溶液（B.3.2.6），以异丙醇（B.3.2.3）定容，即得系列标准工作溶液，即配即用。配制的系列标准工作溶液浓度为100 μg/mL、50 μg/mL、25 μg/mL、10 μg/mL、4 μg/mL。

B.3.4 材料与仪器

B.3.4.1 实验中所用玻璃器皿洗净后，用一级水淋洗三次，丙酮浸泡1 h。计量器具室温挥发干后备用，非计量器具室温挥发干后在200℃下烘烤2 h，冷却至室温备用。

B.3.4.2 气相色谱—质谱联用仪（GC-MS），具有选择离子监测（SIM）功能。

B.3.4.3 分析天平，感量0.1 mg。

B.3.4.4 超声波发生器。

B.3.4.5 离心机，使用转速4000 r/min。

B.3.4.6 容量瓶，10 mL。

B.3.4.7 具塞三角瓶，规格为25 mL、50 mL。

B.3.4.8 离心试管，10 mL。

B.3.5 分析步骤

B.3.5.1 样品前处理

卷烟条与盒包装纸的裁取方式按照 YC/T 207 的规定进行；对框架纸，准确裁取 120.0 cm^2 （应包含一个单边）将裁取的样品置于天平上称其质量（精确至 0.1 mg ），剪碎（ $5\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ ）置入 50 mL 具塞三角瓶中，准确加入 30 mL 异丙醇（B.3.2.3）和 $150\text{ }\mu\text{L}$ 内标溶液（B.3.2.6），超声萃取 40 min ，取适量萃取液于离心试管中离心 10 min ，转速 4000 r/min ，取上层清液，进行 GC-MS 分析。

B.3.5.2 空白实验

不加样品，按 B.3.5.1 步骤处理后，进行 GC-MS 分析。

B.3.5.3 仪器条件

B.3.5.3.1 气相色谱条件

- 色谱柱：弹性毛细管色谱柱；固定相：5%苯基/95%甲基聚硅氧烷；规格为 $[30\text{ m (长度)}\times 0.25\text{ mm (内径)}\times 0.25\text{ }\mu\text{m (膜厚)}]$ ；
- 进样口温度： $280\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 进样量： $1\text{ }\mu\text{L}$ ，分流进样（分流比为 30:1）；
- 载气：氮气（纯度 $\geq 99.999\%$ ），恒流流速：为 1.0 mL/min ；
- 升温程序：初始温度 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min ，以 $20\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ 的速率至 $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min ，再以 $5\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ 的速率至 $280\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，保持 15 min 。

B.3.5.3.2 质谱条件

- 电离方式：电子轰击源（EI）；
- 电离能量： 70 eV ；
- 传输线温度： $280\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 离子源温度： $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 四极杆温度： $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 测定方式：选择离子监测方式（SIM）扫描；
- 溶剂延迟： 6 min 。

B.3.5.4 标准工作曲线制作

分别取系列标准工作溶液（B.3.3.2）进行 GC-MS 分析，纵坐标为各邻苯二甲酸酯定量离子峰面积与内标物定量离子峰面积的比值，横坐标为各邻苯二甲酸酯浓度，作各邻苯二甲酸酯的标准工作曲线，工作曲线线性相关系数 $R^2>0.99$ 。

每次试验均应制作标准工作曲线，每 20 次样品测定后应加入一个中等浓度的标准工作溶液，如果测得的值与原值相差超过 5%，则应重新进行标准工作曲线的制作。

B.3.5.5 样品测定

按照仪器条件测定样品（B.3.5.1），每个样品重复测定两次。同时每批样品做一组空白。

若所测试样邻苯二甲酸酯浓度超出标准工作曲线范围，则对样品前处理适当调整重新测定。

B.3.6 定性确证

在 B.3.5.3 仪器条件下，试样待测液和标准品的选择离子色谱峰在相同保留时间处（ ± 0.1 min）出现，并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致，其丰度比与标准品相比应符合：相对丰度 $> 50\%$ 时，允许 $\pm 10\%$ 偏差；相对丰度 $20\% \sim 50\%$ 时，允许 $\pm 15\%$ 偏差；相对丰度 $10\% \sim 20\%$ 时，允许 $\pm 20\%$ 偏差；相对丰度 $\leq 10\%$ 时，允许有 $\pm 50\%$ 偏差，此时可定性确证目标分析物。各邻苯二甲酸酯的保留时间、定性离子和定量离子参见表 B.3。

表 B.3 18 种邻苯二甲酸酯及内标物定量和定性选择离子表

序号	中文名称	保留时间	选择离子及其丰度比	定量离子	辅助定量离子
1	邻苯二甲酸二甲酯	7.93	163、77、135、194（100：18：7：6）	163	77

表 B.3 18 种邻苯二甲酸酯及内标物定量和定性选择离子表（续）

序号	中文名称	保留时间	选择离子及其丰度比	定量离子	辅助定量离子
2	邻苯二甲酸二乙酯	8.81	149、177、121、222（100：28：6：3）	149	177
3	邻苯二甲酸二烯丙酯	9.86	149、41、189、98（100：186：45：27）	149	41
4	邻苯二甲酸二异丁酯	10.64	149、223、205、167（100：10：5：2）	149	223
5	邻苯二甲酸二丁酯	11.44	149、223、205、121（100：5：4：2）	149	223
6	邻苯二甲酸二（2-甲氧基）乙酯	11.75	59、149、104、207（100：10：6：4）	59	149
7	邻苯二甲酸二（4-甲基-2-戊基）酯	12.49	149、251、167、121（100：5：4：2）	149	251
8	邻苯二甲酸二（2-乙氧基）乙酯	12.87	149、45、72、176（100：217：184：20）	149	45
9	邻苯二甲酸二戊酯	13.39	149、237、219、167（100：6：3：2）	149	237
10	邻苯二甲酸二己酯	15.58	149、251、104、26（100：3：3：3）	149	251
11	邻苯二甲酸丁基苄基酯	15.71	149、91、206、238（100：72：23：2）	149	91
12	邻苯二甲酸二（2-丁氧基）乙酯	17.19	149、176、193、249（100：55：45：15）	149	176
13	邻苯二甲酸二环己酯	17.88	149、167、83、249（100：31：7：4）	149	167
14	邻苯二甲酸二（2-乙基）己酯	18.06	149、167、279、113（100：50：32：14）	149	167
15	邻苯二甲酸二苯酯	18.21	225、77、153、104（100：13：4：4）	225	77
16	邻苯二甲酸二正辛酯	20.66	149、279、167、261（100：18：2：2）	149	279
17	邻苯二甲酸二异壬酯	21.00~23.00 （一组峰）	149、293、127、167（100：31：24：18）	149	293
18	邻苯二甲酸二壬酯	23.23	149、293、127、167（100：51：36：15）	149	293

IS	苯甲酸苄酯	10.05	105、91 (100: 45)	105	91
----	-------	-------	------------------	-----	----

B.3.7 结果的计算与表述

试样中各邻苯二甲酸酯的含量按式 (B.2) 进行计算:

$$X_i = \frac{(c_i - c_{i0})V}{m} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

X_i ——试样中邻苯二甲酸酯的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

C_i ——由标准工作曲线得出的试样中邻苯二甲酸酯浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

C_{i0} ——由标准工作曲线得出的空白中邻苯二甲酸酯浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V ——萃取液体积, 单位为毫升 (mL);

m ——试样质量, 单位为克 (g)。

以两次平行测定的算术平均值为最终测试结果, 精确至 1 mg/kg。

两次平行测定结果的相对平均偏差应小于 10%。

B.3.8 回收率、检出限和定量限

回收率、检出限和定量限结果见表 B.4

表 B.4 方法的回收率、检出限和定量限结果

序号	中文名称	回收率%	检出限 $\mu\text{g/mL}$	定量限 $\mu\text{g/mL}$
1	邻苯二甲酸二甲酯	98.6~106.0	0.06	0.21
2	邻苯二甲酸二乙酯	98.3~110.2	0.07	0.23
3	邻苯二甲酸二烯丙酯	98.1~102.2	0.19	0.64
4	邻苯二甲酸二异丁酯	93.3~107.6	0.14	0.45
5	邻苯二甲酸二丁酯	94.2~102.9	0.17	0.56
6	邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯	93.2~106.6	0.12	0.40
7	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	96.2~107.5	0.11	0.36
8	邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯	95.7~109.6	0.29	0.98
9	邻苯二甲酸二戊酯	96.8~108.4	0.11	0.36
10	邻苯二甲酸二己酯	96.0~109.4	0.11	0.37
11	邻苯二甲酸丁基苄基酯	98.5~112.0	0.19	0.64
12	邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯	94.5~108.4	0.23	0.78
13	邻苯二甲酸二环己酯	95.1~109.7	0.16	0.51

14	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	97.0~112.5	0.22	0.74
15	邻苯二甲酸二苯酯	97.8~113.7	0.19	0.64
16	邻苯二甲酸二正辛酯	95.1~109.4	0.25	0.82
17	邻苯二甲酸二异壬酯	87.5~99.6	0.39	1.31
18	邻苯二甲酸二壬酯	94.6~106.5	0.21	0.68

B.4 特定芳香胺总量的测定

B.4.1 原理

试样剪碎后置于密闭容器内,在 70 °C 的缓冲液 (pH=6) 中用连二亚硫酸钠还原试样中的偶氮染料。将还原裂解产生的芳香胺随水相倒入硅藻土柱,再用叔丁基甲醚洗脱。用氮吹浓缩仪浓缩用于洗脱的叔丁基甲醚,用气相色谱—质谱进行测定,内标法定量。

B.4.2 试剂

B.4.2.1 水, GB/T 6682, 一级。

B.4.2.2 叔丁基甲醚。

B.4.2.3 连二亚硫酸钠 (纯度≥85%)。

B.4.2.4 柠檬酸。

B.4.2.5 氢氧化钠。

B.4.2.6 浓盐酸 (质量分数 37%)。

B.4.2.7 无水硫酸钠 (使用前于马弗炉中 550 °C 烘 2 h, 干燥器中冷却备用)。

B.4.3 溶液

B.4.3.1 内标物 (纯度均≥99%)

萘-d8、2,4,5-三氯苯胺、蒽-d10。

B.4.3.2 标准物 (纯度均≥99%)

邻甲苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,6-二甲基苯胺、邻氨基苯甲醚、对氯苯胺、2-甲氧基-5-甲基苯胺、2,4,5-三甲基苯胺、4-氯邻甲苯胺、2,4-二氨基甲苯、2,4-二氨基苯甲醚、2-萘胺、4-氨基联苯、4,4'-二氨基二苯醚、联苯胺、4,4'-二氨基二苯甲烷、3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲烷、3,3'-二甲基联苯胺、4,4'-二氨基二苯硫醚、3,3'-二氯联苯胺、3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷、3,3'-二甲氧基联苯胺、苯胺、对苯二胺。

B.4.3.3 连二亚硫酸钠溶液

称取 20.0 g 连二亚硫酸钠 (B.4.2.3), 溶于 100 mL 水 (B.4.2.1) 中, 得到浓度为 200 mg/mL 的连二亚硫酸钠溶液。即配即用。

B.4.3.4 柠檬酸缓冲液

分别称取 12.526 g 柠檬酸 (B. 4. 2. 4) 和 6.320 g 氢氧化钠 (B. 4. 2. 5)，溶于 1000 mL 水 (B. 4. 2. 1) 中，得到浓度为 0.06 mol/L、pH=6.0 的柠檬酸缓冲液。

B. 4. 3. 5 盐酸溶液

量取 8.3 mL 浓盐酸 (B. 4. 2. 6)，用水 (B. 4. 2. 1) 稀释至 100 mL，得到浓度为 1 mol/L 的盐酸溶液。

B. 4. 3. 6 氢氧化钠溶液

称取 4.0 g 氢氧化钠 (B. 4. 2. 5)，精确至 0.001 g，溶于 100 mL 水 (B. 4. 2. 1) 中，得到浓度为 1 mol/L 的氢氧化钠溶液。

B. 4. 3. 7 内标工作溶液

分别准确称取每种内标物 (B. 4. 3. 1) 0.005 g，精确至 0.0001 g，用叔丁基甲醚 (B. 4. 2. 2) 溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中，混匀，得到浓度为 50 $\mu\text{g/mL}$ 的内标工作溶液。0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下密封保存，有效期 1 个月。取用时应平衡至室温。

B. 4. 3. 8 混合标准储备液

分别准确称取每种标准物 (B. 4. 3. 2) 0.01 g，精确至 0.0001 g，用叔丁基甲醚 (B. 4. 2. 2) 溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中，混匀，得到浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准储备液。即配即用。

B. 4. 3. 9 标准工作溶液

根据样品需要配制合适浓度的系列标准工作溶液。应以叔丁基甲醚 (B. 4. 2. 2) 为溶剂，采用混合标准储备液 (B. 4. 3. 8) 和内标工作溶液 (B. 4. 3. 7) 稀释制备系列标准工作溶液。推荐如下配制方法：分别准确移取 0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL 混合标准储备液 (B. 4. 3. 8) 于 5 个 10 mL 棕色容量瓶中，加入 0.5 mL 内标工作溶液 (B. 4. 3. 7)，用叔丁基甲醚 (B. 4. 2. 2) 定容，即得系列标准工作溶液，配制的系列标准工作溶液中各芳香胺的含量分别为 10 μg 、50 μg 、100 μg 、200 μg 、500 μg 。即配即用。

B. 4. 4 仪器设备

B. 4. 4. 1 气相色谱-质谱联用仪 (GC-MS)，具有选择离子检测 (SIM) 功能。

B. 4. 4. 2 分析天平，感量为 0.0001 g。

B. 4. 4. 3 恒温水浴。

B. 4. 4. 4 氮吹浓缩仪。

B. 4. 4. 5 硅藻土固相萃取柱，玻璃柱或聚丙烯柱；规格为[200 mm (长度)×25 mm (内径)]，装填时，先在底部垫少许玻璃棉，然后加入 20 g 硅藻土，轻击萃取柱，使装填紧密。

注：B. 4. 4. 5 可直接采用商品化的偶氮专用固相萃取柱。

B. 4. 4. 6 0.45 μm 有机滤膜。

B. 4. 4. 7 锥形瓶，具磨口塞，规格为 50 mL、100 mL。

B. 4. 5 分析步骤

B.4.5.1 样品前处理

B.4.5.1.1 还原反应

将样品剪成 5 mm×5 mm 左右的碎片，混合均匀。称取 1 g 样品，精确至 0.0001 g，置于 50 mL 锥形瓶（B.4.7.7）中，加入 15 mL 预热至 (70 ± 2) °C 的柠檬酸缓冲液（B.4.3.4），加塞振荡使液体浸透样品，于 (70 ± 2) °C 水浴中放置 30 min；加入连二亚硫酸钠溶液（B.4.3.3）3 mL， (70 ± 2) °C 水浴中反应 30 min 后，将锥形瓶移入冰水浴中于 2 min 内冷却至室温。

B.4.5.1.2 萃取

在反应后的体系中加入 0.5 mL 内标溶液（B.4.3.7），将锥形瓶中的液体倒入硅藻土固相萃取柱（B.4.4.5），静置 15 min。分别用 20 mL 叔丁基甲醚（B.4.2.2）清洗锥形瓶中的固体残渣 4 次，清洗液倒入硅藻土固相柱（B.4.4.5）中，用 100 mL 锥形瓶（B.4.7.7）接取萃取液。在萃取液中加入约 5 g 无水硫酸钠（B.4.2.7），加塞振摇后静置 30 min。

B.4.5.1.3 浓缩

将萃取液倒入浓缩瓶，用 5 mL 叔丁基甲醚（B.4.2.2）洗涤锥形瓶中的无水硫酸钠 2 次，洗液一并倒入浓缩瓶中。加入 0.1 mL 盐酸溶液（B.4.2.6），振荡混匀，于 35 °C 氮吹浓缩至 1 mL，加入 0.1 mL 氢氧化钠溶液（B.4.3.5），振荡后静置 1 min，取上层清液经 0.45 μm 有机滤膜过滤（B.4.4.6）后，进行 GC-MS 分析。

B.4.5.2 空白实验

不加样品，重复 B.4.5.1.1~B.4.5.1.3 步骤，进行 GC-MS 分析。

B.4.5.3 仪器条件

B.4.5.3.1 气相色谱条件

——色谱柱：弹性毛细管柱，固定相为（50%苯基）-甲基聚硅氧烷，规格为 $[30\text{ m（长度）}\times 0.25\text{ mm（内径）}\times 0.25\text{ }\mu\text{m（膜厚）}]$ 。

——进样口温度：280 °C。

——载气：氮气（纯度 $\geq 99.999\%$ ），恒流流速：1.0 mL/min。

——进样量：1 μL，分流进样，分流比为 10:1。

——升温程序：初始温度 50 °C，保持 1 min；以 5 °C/min 的速率至 280 °C，保持 8 min。

B.4.5.3.2 质谱条件

——传输线温度：280 °C。

——电离方式：电子轰击源（EI）。

——电离能量：70 eV。

——离子源温度：230 °C。

——四极杆温度：150 °C。

——测定方式：选择离子监测方式（SIM）扫描。

——溶剂延迟：8 min。

B.4.5.4 标准工作曲线绘制

用气相色谱—质谱联用仪测定系列标准工作溶液（B.4.3.9），以各标准工作溶液中 21 种芳香胺定量离子的面积与内标峰的定量离子面积比值为纵坐标，以各标准工作溶液中 21 种芳香胺的含量为横坐标，绘制 21 种芳香胺的标准工作曲线，标准工作曲线相关系数 $R^2 > 0.998$ 。

每次实验均应制作标准工作曲线，每 20 次样品测定后应加入一个中等浓度的标准工作溶液，如果测得的值与原值相差超过 10%，则应重新进行标准工作曲线的制作。

B.4.5.5 样品测定

按照仪器条件（B.4.5.3）测定样品，每个样品重复测定两次。同时每批样品做一组空白，结果计算时应扣除空白值。

若待测试样溶液的含量超出标准工作曲线浓度范围，则应根据样品实际含量重新配制合适浓度的系列标准工作溶液后进行测定。

B.4.6 定性确证

在 B.4.5.3 仪器条件下，试样待测液和标准品的选择离子色谱峰应在相同保留时间处（ ± 0.2 min）出现，并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致，其丰度比与标准品相比应符合：相对丰度 $> 50\%$ 时，允许 $\pm 10\%$ 偏差；相对丰度 $20\% \sim 50\%$ 时，允许 $\pm 15\%$ 偏差；相对丰度 $10\% \sim 20\%$ 时，允许 $\pm 20\%$ 偏差；相对丰度 $\leq 10\%$ 时，允许有 $\pm 50\%$ 偏差，此时可定性确证目标分析物。21 种芳香胺标准物质及内标物的保留时间、定性离子和定量离子参见表 B.5。

表 B.5 标准物及内标物定量离子与辅助离子

序号	保留时间 min	名称	CAS No.	定量离子、辅助离子及其丰度比	内标
*	10.150	苯胺	62-53-3	93:66(100:27)	萘-d8 CAS: 1146-65-2 出峰时间: 15.463 定量离子: 136
1	12.797	邻甲苯胺	95-53-4	106:77(100:13)	
2	15.288	2,4-二甲基苯胺	95-68-1	121:106(100:61)	
3	15.404	2,6-二甲基苯胺	87-62-7	121:106(100:65)	
4	16.369	邻氨基苯甲醚	90-04-0	123:108(100:94)	
5	17.189	对氯苯胺	106-47-8	127:92(100:12)	萘-d8 CAS: 1146-65-2 出峰时间: 15.463 定量离子: 136
6	18.714	2,4,5-三甲基苯胺	137-17-7	135:120(100:91)	
7	18.827	2-甲氧基-5-甲基苯胺	120-71-8	122:137(100:82)	
8	19.785	4-氯邻甲苯胺	95-69-2	141:106(100:78)	
**	20.219	对苯二胺	106-53-0	108:80(100:28)	
9	23.616	2,4-二氨基甲苯	95-80-7	122:94(100:15)	

表 B.5 标准物及内标物定量离子与辅助离子（续）

序号	保留时间 min	名称	CAS No.	定量离子、辅助离子及其丰度比	内标
10	26.179	2,4-二氨基苯甲醚	615-05-4	123:138(100:70)	2,4,5-三氯苯胺 CAS: 636-30-6 出峰时间: 26.030 定量离子: 195
11	27.570	2-萘胺	91-59-8	143:115(100:34)	
12	32.111	4-氨基联苯	92-67-1	169:141(100:7)	蒽-d10。 CAS: 1719-06-8 出峰时间 32.052 定量离子: 188
13	40.912	4,4'-二氨基二苯醚	101-80-4	200:108(100:29)	
14	41.054	4,4'-二氨基二苯甲烷	101-77-9	198:106(100:34)	
15	41.188	联苯胺	92-87-5	184:92(100:11)	
16	43.839	3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲烷	838-88-0	226:211(100:67)	
17	44.229	3,3'-二甲基联苯胺	119-93-7	212:106(100:13)	
18	46.301	4,4'-二氨基二苯硫醚	139-65-1	216:184(100:42)	
19	46.527	3,3'-二氯联苯胺	91-94-1	252:126(100:15)	
20	46.618	3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷	101-14-4	231:266(100:64)	
21	47.004	3,3'-二甲氧基联苯胺	119-90-4	244:201(100:42)	
[注 1]		邻氨基偶氮甲苯	97-56-3		
[注 2]		5-硝基邻甲苯胺	99-55-8		
[注 3]		4-氨基偶氮苯	60-09-3		
注 1: 邻氨基偶氮甲苯经本方法被分解并检测为邻甲苯胺。					
注 2: 5-硝基邻甲苯胺经本方法被还原并检测为 2,4-二氨基甲苯。					
注 3: 4-氨基偶氮苯经本方法被分解为苯胺（*）和对苯二胺（**），若样品中同时检测出苯胺和对苯二胺，应按照 YQ/T 63-2015 的方法重新检测 4-氨基偶氮苯。					

B.4.7 结果的计算与表述

芳香胺对内标物的校正因子按式(B.3)计算:

$$f = \frac{A_{IS} \times m_i}{A_i \times m_{IS}}$$

..... (B.3)

式中:

- f ——芳香胺对内标物的校正因子;
- A_{IS} ——标准工作溶液中内标物的峰面积;
- m_i ——标准工作溶液中芳香胺*i*的质量,单位为微克(μg);

A_i ——标准工作溶液中芳香胺 i 的峰面积；
 m_{IS} ——标准工作溶液中内标物的质量，单位为微克（ μg ）；

样品中芳香胺的含量按式（B.4）

$$C_i = \frac{A \times m_s \times f}{A_s \times S} \dots\dots\dots \text{(B.4)}$$

式中：
 C_i ——试样中芳香胺 i 的含量，单位为毫克每千克（ mg/kg ）；
 A ——试样溶液中芳香胺 i 的峰面积；
 m_s ——试样中内标物 i 的质量，单位为微克（ μg ）；
 f ——芳香胺对内标物的校正因子；
 A_s ——试样中内标物的峰面积；
 S ——试样的质量，单位为克（ g ）。

以两次平行测定结果的算术平均值为最终测定结果，精确至 0.1 mg/kg 。

当平均值大于等于 5.0 mg/kg 时，两次测定值之间相对平均偏差应小于 10%；当平均值小于 5.0 mg/kg 时，两次测定值之间绝对偏差应小于 1.0 mg/kg 。

B.4.8 回收率、检出限和定量限

回收率、检出限和定量限结果见表 B.6。

表 B.6 回收率、检出限和定量限结果

序号	化合物	回收率/%	检出限 mg/kg	定量限 mg/kg
1	邻甲苯胺	68~78	0.2	0.8
2	2,4-二甲基苯胺	84~91	0.5	1.6
3	2,6-二甲基苯胺	79~88	0.4	0.9
4	邻氨基苯甲醚	94~99	0.2	0.8
5	对氯苯胺	89~97	0.2	0.7
6	2-甲氧基-5-甲基苯胺	81~86	0.3	1.0
7	2,4,5-三甲基苯胺	79~92	0.3	0.8
8	4-氯邻甲苯胺	90~97	0.3	0.9

表 B.6 回收率、检出限和定量限结果（续）

序号	化合物	回收率/%	检出限 mg/kg	定量限 mg/kg
----	-----	-------	--------------	--------------

9	2,4-二氨基甲苯	58~65	0.3	1.1
10	2,4-二氨基苯甲醚	32~39	0.7	2.3
11	2-萘胺	79~88	0.2	0.5
12	4-氨基联苯	97~103	0.3	0.9
13	4,4'-二氨基二苯醚	83~91	0.3	1.1
14	4,4'-二氨基二苯甲烷	81~90	0.3	1.0
15	联苯胺	89~98	0.3	0.9
16	3,3'-二甲基-4,4'-二氨基 二苯 甲烷	91~96	0.3	1.0
17	3,3'-二甲基联苯胺	95~106	0.3	1.1
18	4,4'-二氨基二苯硫醚	89~95	0.3	0.9
19	3,3'-二氯联苯胺	105~116	0.3	0.9
20	3,3'-二氯-4,4'-二氨基二 苯甲烷	96~104	0.3	0.9
21	3,3'-二甲氧基联苯胺	84~93	0.3	1.0