

生活用纸中碳酸钙含量的测定 顶空气相色谱法

Determination of Calcium carbonate in household paper Headspace gas chromatography

2019 - 09 - 16 发布

2019 - 12 - 16 实施

湖南省市场监督管理局 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语及定义 1

4 原理 1

5 仪器和试剂 1

6 样品准备 2

7 样品制备 2

8 试验步骤 2

9 结果报告 3

10 试验报告 3

前 言

本标准按GB/T1.1给出的规则进行起草。

本标准的附录A为资料性附录。

本标准起草单位：常德市产商品质量监督检验所

本标准主要起草人：郭盛、孙华、罗云鹰、彭小悦、唐汇军、刘怡廷、彭馨莹。

本标准由湖南省生活用纸标准化技术委员会归口。

本标准为首次发布。

生活用纸中碳酸钙含量的测定 顶空气相色谱法

1 范围

本标准规定了一种用气相色谱测定生活用纸中碳酸钙填料用量的测试方法。
本标准适用于用顶空气相色谱快速测定生活用纸中碳酸钙填料的用量。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 450 纸和纸板 试样的采取及试样纵横向、正反面的测定

3 术语及定义

3.1 顶空气相色谱法

顶空气相色谱法(HS-GC)又称液上气相色谱分析，是一种联合操作技术。通常采用进样针在一定条件下一定温度下对固体、液体、气体等进行萃取吸附，然后在气相色谱分析仪上进行脱附注射。萃取过程常在固相微萃取平台上进行。

4 原理

将定量的生活用纸用氢氧化钠溶液在高速搅拌中搅成浆状，封于顶空瓶中，加入过量的硫酸，用顶空气相色谱法测定瓶中的二氧化碳含量，根据二氧化碳的含量计算纸张中碳酸钙的含量。

5 仪器和试剂

5.1 仪器和材料

- 5.1.1 分析天平：读数精度 0.1mg；
- 5.1.2 高压分散器；
- 5.1.3 移液枪：10mL；
- 5.1.4 气相色谱：配备热导检测器、顶空装置；
- 5.1.5 进样瓶；
- 5.1.6 一次性注射器：1mL 和 3mL；
- 5.1.7 一次性水相滤头：0.22 μ m；
- 5.1.8 玻璃血清瓶：125mL，具备耐腐蚀性的橡胶密封塞（如有聚四氟乙烯覆膜层）和铝制密封圈。也可用其它具有耐高温、耐高压、耐腐蚀性的可严密封闭的容器取代。

5.2 试剂

除非特别说明，本标准所用试剂均为分析纯试剂，用水满足GB/T 6682标准中一级水的要求。

5.2.1 碳酸钙：99.99%；

5.2.2 浓硫酸：98%；

5.2.3 稀硫酸（ $2.00 \pm 0.02\text{mol/L}$ ）：

在冰浴及充分搅拌的条件下，缓缓将200g的浓硫酸（5.2.3）加入至600mL水中；将溶液温度调整至20℃，转移至1000mL的容量瓶，用水定容。

5.2.4 氢氧化钠溶液：pH值 8~9。

6 样品准备

称取绝干质量为15g的生活用纸样品，剪成5mm×5mm的碎片，置于高速分散器中，加入氢氧化钠溶液250mL，高速分散3min，配置成0.1%~0.2%的纸浆悬浮液。

7 样品制备

将纸浆悬浮液在持续搅拌的情况下，用移液枪吸取10mL悬浮液置于20mL顶空瓶中，并用聚四氟乙烯/丁基橡胶垫配合铝盖将顶空瓶密封，准备上机操作时，用注射器向顶空瓶中加入2mL浓度为2mol/L的稀硫酸。

8 试验步骤

8.1 标准曲线

8.1.1 标准溶液配制

分别准确称取4.0g、8.0g、12.0g、16.0g、20.0g碳酸钙于500mL烧杯中，置于高速分散器中，加入氢氧化钠溶液250mL，高速分散3min，配置成悬浮液。悬浮液在持续搅拌的情况下，用移液枪吸取10mL悬浮液置于20mL顶空瓶中，并用聚四氟乙烯/丁基橡胶垫配合铝盖将顶空瓶密封，准备上机操作时，用注射器向顶空瓶中加入2mL浓度为2mol/L的稀硫酸，分别得到5个水平（40、80、120、160、200 μmol ）的碳酸钙标准溶液。

8.1.2 气相色谱检测

将获得的有加入稀硫酸的悬浮液顶空瓶放入自动进样器，在温度70℃下恒温10min后，配备热导检测器的气相色谱仪对顶空瓶中的二氧化碳进行检测，并记录气相色谱响应峰面积信号值A。

8.1.2.1 进样条件

平衡温度70℃，平衡时间10min。振动：强烈振荡；样品瓶用氮气加压，加压10s；进样环路填充时间15s，环路平衡时间6s，阀转换时间10s。

8.1.2.2 气相色谱操作条件：

色谱柱：毛细管色谱柱（30.0 m×0.32 mm(内径)×0.25 μm ）；

进样口温度：120℃；

柱温：40℃；

载气：氮气，恒流3.5 mL/min；

热导检测器操作条件：检测器温度220℃，载气为氢气，流速15ml/min，桥电流190mA。

8.1.3 建立标准工作曲线

分别以碳酸钙的量为横坐标、气相色谱信号值为纵坐标做图，并利用线性回归工具拟合图中数据点，得到碳酸钙的标准工作曲线，即：

$$c = kA + b \quad (1)$$

式中：

c—— 碳酸钙含量；

A—— 气相色谱信号值；

k—— 标准工作曲线的斜率；

b—— 标准工作曲线的截距。

9 结果报告

9.1 生活用纸样品中碳酸钙含量的计算

以绝干质量计，生活用纸样品中的碳酸钙含量可用下式计算

$$S = \frac{100.09 \times \frac{A-b}{k} \times \frac{250}{10} \times 10^{-6}}{m} \times 100\% = \frac{2.502 \times 10^{-3} (A-b)}{km} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

S—— 纸张中碳酸钙的含量（%）；

m—— 称取生活用纸的绝干质量（g）；

A—— 测试生活用纸的气相色谱响应峰面积信号值。

9.2 结果的表示

单位绝干质量的生活用纸中碳酸钙的质量百分比，结果保留两位有效数字，三次测定的相对标准偏差应小于5%。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准编号；
- b) 所用仪器类型；
- c) 仪器操作条件；
- d) 试验结果；
- e) 测试中观察到的任何异常情况；
- f) 任何与本标准的偏差；
- g) 本标准或引用的规范性文件中未规定的并可能影响结果的任何条件。

附 录 A
(资料性附录)
顶空气相色谱测二氧化碳图谱

