

福建省地方标准

DB35/T 2187—2024

海峡两岸共通 香产品燃烧后多环芳烃
含量要求

Cross-Strait integrated development—Requirements for the content of polycyclic
aromatic hydrocarbons in incense

地方标准信息服务平台

2024 - 07 - 03 发布

2024 - 10 - 03 实施

目 次

前言 II

引言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 要求 1

5 试验方法 1

附录 A（资料性） 香产品燃烧后产生的 4 种多环芳烃含量测定方法 2

参考文献 7

地方标准信息服务平台

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。

本文件由国家燃香类产品质量监督检验中心（福建）提出。

本文件由福建省燃香类产业标准化技术委员会（SAFJ/TC 21）归口。

本文件起草单位：国家燃香类产品质量监督检验中心（福建）、福建省产品质量检验研究院、泉州市标准化研究所、泉州众科标准技术服务有限公司、台湾香业发展协会、台湾检验科技股份有限公司、泉州市产品质量检验所、永春县香制品同业公会、华光香堂有限公司（台企）、泉州恩顺工艺有限公司（台企）、厦门伍莲香业开发有限公司（台企）、福建省永发沉香开发有限公司。

本文件主要起草人：邹愚、陈金凤、陈小红、蔡美贞、林志杰、陈文忠（中国台湾）、黄冠玮（中国台湾）、单为光（中国台湾）、卓黎阳、林伟斌、林峰生、曾志彬、许德源、黄敬信（中国台湾）、蔡耀程（中国台湾）、李怡龙。

地方标准信息服务平台

引 言

本文件是香产品领域海峡两岸共通系列标准之一。大陆香产品燃烧后多环芳烃含量要求尚无相关标准，为加快我省香产业的发展，促进香产品领域海峡两岸标准的互融共通，特制定本文件。本文件在含量要求方面参考台湾地区标准CNS 15047—2019《香品》。

地方标准信息服务平台

海峡两岸共通 香产品燃烧后多环芳烃含量要求

1 范围

本文件规定了香产品燃烧后产生的4种多环芳烃[蒎、苯并(b)荧蒹、苯并(k)荧蒹、苯并(a)芘]的含量要求和测试方法。

本文件适用于香产品的品质评估。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

香产品燃烧后产生的4种多环芳烃含量指标见表1。

表 1 香产品燃烧后产生的 4 种多环芳烃含量指标

化合物名称	含量 μg/g
蒎	≤0.4
苯并(b)荧蒹	≤0.3
苯并(k)荧蒹	≤0.3
苯并(a)芘	≤0.3

5 试验方法

香产品燃烧后产生的4种多环芳烃浓度测试参照附录A进行。

附录 A

(资料性)

香产品燃烧后产生的 4 种多环芳烃含量测定方法

A.1 原理

香产品燃烧后产生的多环芳烃收集于石英滤膜上,使用1+1 (V/V) 正己烷/二氯甲烷的混合溶剂超声提取,提取液经过浓缩、定容、过滤后进行气相色谱-质谱联用仪 (GC/MS) 检测,根据保留时间、特征离子进行定性,内标法定量。

A.2 试剂与材料

A.2.1 试剂

A.2.1.1 本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

A.2.1.2 正己烷 (C_6H_{14}): 色谱纯。

A.2.1.3 二氯甲烷 (CH_2Cl_2): 色谱纯。

A.2.2 标准溶液

A.2.2.1 多环芳烃标准溶液

多环芳烃标准溶液[含蒎、苯并(b)荧蒹、苯并(k)荧蒹、苯并(a)芘]: 经国家认证并授予标准物质证书的, $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下避光保存。

A.2.2.2 同位素多环芳烃内标溶液

同位素多环芳烃内标溶液(至少含蒎- D_{12} 、芘- D_{12}): $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下避光保存。

警告: 多环芳烃是已知的致癌、致畸、致突变的物质,并且致癌性随着苯环数的增加而增加。进行标准溶液配制等操作时应特别注意安全防护,应在通风柜中操作,尽量减少暴露。

A.2.3 标准使用液配制

A.2.3.1 多环芳烃标准使用液 ($50\text{ }\mu\text{g/mL}$): 将多环芳烃标准溶液 (A.2.2.1) 用正己烷 (A.2.1.2) 稀释为 $50\text{ }\mu\text{g/mL}$, $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下避光密封保存,保存期 3 个月。

A.2.3.2 同位素多环芳烃内标使用液 ($50\text{ }\mu\text{g/mL}$): 将同位素多环芳烃内标溶液 (A.2.2.2) 用正己烷 (A.2.1.2) 稀释为 $50\text{ }\mu\text{g/mL}$, $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下避光密封保存,保存期 3 个月。

A.2.4 样品提取液

正己烷/二氯甲烷混合溶液 (1+1): 将正己烷 (A.2.1.2) 和二氯甲烷 (A.2.1.3) 按 1:1 (体积比) 混合均匀。

A.2.5 石英滤膜

直径 37 mm。使用前在马弗炉中 $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热 4 h 以上,冷却后用铝箔纸包好,保证滤膜在采样前和采样后不受污染,并在采样前处于平展不受折状态。

A.2.6 微孔滤膜

聚四氟乙烯材质，孔径为0.22 μm 或0.45 μm 。

A.3 仪器设备

A.3.1 气相色谱-质谱联用仪具备如下条件：

- a) 电离源：电子轰击；
- b) 色谱柱：毛细管色谱柱，30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm ，固定相为5%苯基甲基聚硅氧烷，或其他等效的色谱柱；
- c) 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

A.3.2 采样设备具备如下条件：

- a) 采样舱：1 m³不锈钢舱体，温度：(23 $\pm$ 5) $^{\circ}\text{C}$ ，湿度：(65 $\pm$ 15) %；
- b) 采样器：流量设定不低于10 L/min；
- c) 采样头：具有滤膜夹。

A.3.3 流量计：可设定流量不低于10 L/min，采样前用标准流量计对采样流量进行校准。

A.3.4 旋转蒸发仪。

A.3.5 超声清洗机。

A.3.6 分析天平：感量0.1 mg。

A.4 样品

A.4.1 样品采集

采集前先清洗采样舱，通风10 min以上，对采样器的流量进行校正。称取0.8 g样品（精确到0.1 mg），放置干燥至恒重的滤膜到滤膜夹，安装好滤膜夹，连接采样器，点燃样品后开始采样并记录采样舱环境的温度和湿度。样品完全燃烧后继续采集30 min，采样结束后打开滤膜夹，用镊子轻轻取下滤膜，采样面向里对折，用铝箔纸包好。

A.4.2 样品保存

样品采集后应避光于2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 冷藏，7日内提取完毕；或在-15 $^{\circ}\text{C}$ ~-20 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存，30日内完成提取。

A.4.3 样品提取

将采样后的滤膜剪成小块，装入样品瓶中，加入10 mL样品提取液（A.2.4）超声萃取30 min，将提取液转移到50 mL圆底烧瓶中，重复上述步骤一次并合并提取液。33 $^{\circ}\text{C}$ 旋转蒸发或氮吹方式浓缩至1 mL左右，加入5 mL正己烷（A.2.1.2），继续浓缩至1 mL以下，加入8 μL 同位素多环芳烃内标使用液（A.2.3.2），用正己烷（A.2.1.2）定容至1 mL，过滤器将滤液过滤至样品瓶。

A.4.4 样品空白

在不点燃样品的条件下，按A.4.1步骤进行采集，按A.4.3步骤进行提取。

A.5 分析步骤

A.5.1 仪器的参考条件

A.5.1.1 气相色谱参考条件

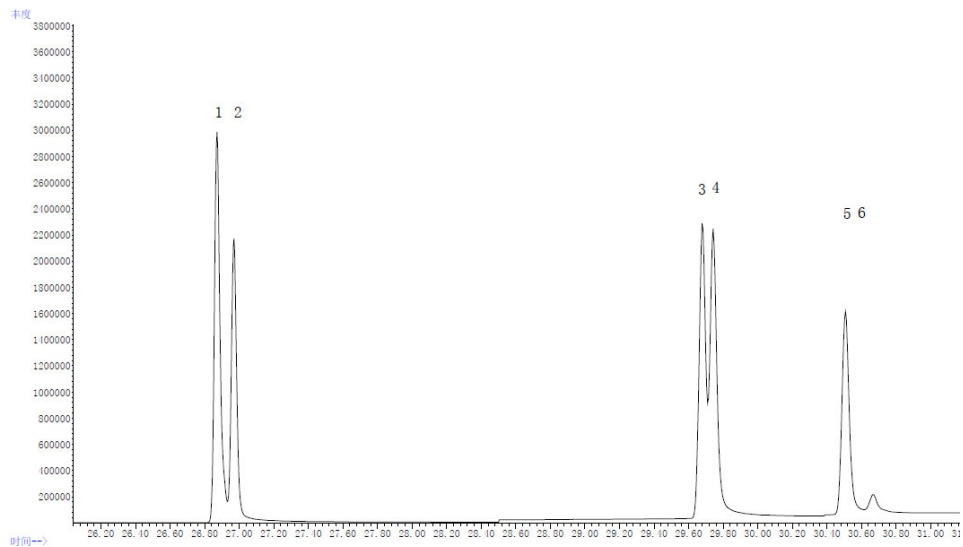
进样口温度：290 ℃；流速：1.2 mL/min；进样量：1 μL；进样方式：不分流进样；载气：氦气（A.3.1 c）；柱温升温程序：50 ℃保持5 min，以10 ℃/min速率升到260 ℃，再以6 ℃/min升到300 ℃。

A.5.1.2 质谱参考条件

溶剂延迟时间：11 min；离子源温度：230 ℃；传输线温度：280 ℃；四级杆温度：150 ℃；测定模式：选择离子监测模式。

A.5.2 化合物定性定量方法

根据目标化合物的相对保留时间和特征离子定性，根据定量离子峰面积采用内标法定量。多环芳烃的标准谱图见图A.1，定性离子、定量离子、各目标物的内标见表A.1。



标引序号说明：

- 1——蒎-D₁₂；
- 2——蒎；
- 3——苯并(b)荧蒹；
- 4——苯并(k)荧蒹；
- 5——苯并(a)芘；
- 6——芘-D₁₂。

图 A.1 多环芳烃标准谱图

表 A.1 目标化合物的保留时间、定性离子、定量离子和内标物

化合物名称	保留时间 min	定性离子 m/z	定量离子 m/z	内标物
蒎	26.970	114, 226, 229	228	蒎- D ₁₂
苯并(b)荧蒹	29.677	126, 253	252	芘- D ₁₂
苯并(k)荧蒹	29.742	126, 253	252	芘- D ₁₂
苯并(a)芘	30.501	126, 253	252	芘- D ₁₂

A.5.3 标准曲线的配制

取多环芳烃标准使用液（A.2.3.1）配制0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 μg/mL标准系列，分别加入8 μL同位素多环芳烃内标使用液（A.2.3.2）。

A.5.4 样品的测定

标准曲线绘制完成后，将处理好的样品注入气相色谱仪-质谱联用仪，按照仪器参考条件（A.5.1.1）进行样品测定。根据目标化合物和内标定量离子的峰面积计算样品中目标化合物的浓度。

A.6 结果的计算和表示

A.6.1 结果计算

样品中目标化合物的质量浓度(P)按公式(A.1)计算。

$$P = (P_i - P_0) \times V / m \cdots \cdots \cdots (A.1)$$

式中：

- P——样品中目标化合物的质量浓度，单位为微克每克（μg/g）；
- P_i——标准曲线得到样品中目标化合物的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- P₀——标准曲线得到空白中目标化合物的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- V——样品的浓缩体积，1 mL；
- m——样品的燃烧质量，单位为克（g）。

A.6.2 结果表示

当样品检测结果大于1.00 μg/g时，结果保留三位有效数字；当样品检测结果小于1.00 μg/g时，结果保留至小数点后二位。

A.7 检出限和定量限

当采集0.8 g样品时，采用选择离子监测模式测定，本方法的检出限为0.42 ng/g~0.92 ng/g，定量限为1.68 ng/g~3.68 ng/g。详见表A.1。

A.8 精密度和准确度

对样品加入多环芳烃标准使用液（A.2.3.1）10 μL分别测定6次，实验室内相对标准偏差为0.7%~6.8%。

对样品分别加入多环芳烃标准使用液（A.2.3.1）10 μL和20 μL，经过提取、浓缩、过滤、分析过程的加标回收率分别为89.5%~97.7%和82.0%~99.0%。详见表A.2。

表 A.2 目标化合物的检出限、测定下限、精密度和准确度

组分	检出限 ng/g	定量限 ng/g	实验室内相对 标准偏差 %	准确度			
				加标量 μg	回收率 %	加标量 μg	回收率 %
蒽	0.42	1.68	0.7	0.5	91.6	1.0	99.0
苯并(b)荧蒹	0.92	3.68	1.6	0.5	97.7	1.0	82.8
苯并(k)荧蒹	0.88	3.52	2.8	0.5	90.6	1.0	82.0
苯并(a)芘	0.72	2.86	6.8	0.5	89.5	1.0	85.7

A.9 质量控制和质量保证

A.9.1 空白试验

每10个样品或每组（不超过10个样品/组）至少测定一个实验室空白。

A.9.2 基体加标

每10个样品或每组（不超过10个样品/组）至少测定一个基体加标样，基体加标回收率应在60%～120%。

A.9.3 平行测定

每10个样品或每组（不超过10个样品/组）至少测定一个平行样，其相对偏差不大于20%。

地方标准信息服务平台

参 考 文 献

- [1] GB/T 21262—2007 地理标志产品 永春篾香
 - [2] GB 26386—2011 燃香类产品安全通用技术条件
 - [3] GB/T 26393—2011 燃香类产品有害物质测试方法
 - [4] GB/T 33274—2016 燃香类产品分类及术语
 - [5] CNS 15047—2019 香品
 - [6] CNS 15169—2007 (R2013) 香品燃烧所产生之多环芳烃化合物测定法
-

地方标准信息服务平台