

标记物法测定卷烟搭口胶的施胶量

熊安言¹,王洪波²,赵冰¹,李国政¹,孙觅¹,许淑红³,郜海民³,王高杰¹,
丁美宙^{*1},赵乐^{*2}

1. 河南中烟工业有限责任公司技术中心,郑州市陇海东路72号 450000
2. 中国烟草总公司郑州烟草研究院,郑州高新技术产业开发区枫杨街2号 450001
3. 河南中烟工业有限责任公司黄金叶生产制造中心,郑州市第三大街999号 450016

摘要:为准确测定每支卷烟中搭口胶的施胶量,建立了一种以Zn元素为标记物的卷烟搭口胶施胶量测定方法。将氯化锌标记物加入卷烟搭口胶中,正常制作卷烟后去除卷烟烟丝,截取烟支空筒的卷烟纸部分,经微波消解后,再用ICP-MS法测定标记物锌的质量分数。结果表明:①该方法的检出限为0.021 μg/L,相对标准偏差(RSD)在0.85%~1.35%之间,加标回收率在97.8%~103.4%之间;②在锌离子添加量控制在2.5~6.0 mg/g范围时,施胶量检测结果的相对标准偏差<2.0%;③卷烟搭口胶施胶量测定值与施胶量在线控制系统的设计值基本一致。该方法适用于卷烟搭口胶施胶量的准确测定。

关键词:标记物法;施胶量;搭口胶;卷烟

中图分类号:TS426 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-0861(2018)01-0064-06

Quantifying the amount of seam glue in cigarette tobacco rod with a marker method

XIONG Anyan¹, WANG Hongbo², ZHAO Bing¹, LI Guozheng¹, SUN Mi¹, XU Shuhong³, GAO Haimin³, WANG Gaojie¹,
DING Meizhou^{*1}, ZHAO Le^{*2}

1. Technology Center, China Tobacco Henan Industrial Co., Ltd., Zhengzhou 450000, China
2. Zhengzhou Tobacco Research Institute of CNTC, Zhengzhou 450001, China
3. Golden Leaf Production and Manufacturing Center, China Tobacco Henan Industrial Co., Ltd., Zhengzhou 450016, China

Abstract: To accurately determine the amount of seam glue in cigarette tobacco rod, a method was developed by using zinc chloride as a marker. The glue containing zinc chloride was applied on the rod seam which was manufactured using routine technical parameters. The cut tobacco in tested cigarettes was removed, and the content of zinc chloride in the remaining cigarette paper tube was determined by ICP-MS after microwave digestion. The results showed that: 1) The detection limit of the method was 0.021 μg/L, the relative standard deviations (RSDs) and recoveries were in the range of 0.85%–1.35% and 97.8%–103.4%, respectively. 2) The RSD of determined glue amount was less than 2.0% at the zinc ion addition rate of 2.5–6.0 mg/g. 3) The determined amount of seam glue agreed reasonably well with the design value of the glue amount by the online control system. The method is suitable for accurately determining the amount of seam glue in cigarette tobacco rod.

Keywords: Marker method; Amount of seam glue; Seam glue in tobacco rod; Cigarette

卷烟搭口胶是卷烟烟支的重要组成部分,主要用于粘合烟支生产过程中的卷烟纸。烟用搭口胶主要为聚醋酸乙烯乳液,其参与卷烟的燃烧并分解产生多种如甲醛、乙酸、苯系物等有害成分^[1-4],

收稿日期:2017-04-01 **修回日期:**2017-09-01

基金项目:河南中烟工业有限责任公司发展研究项目“黄金叶卷烟纸施胶量影响卷烟品质的研究与控制”(合同号:ZN2014029)。

作者简介:熊安言(1969—),本科,高级工程师,主要从事烟草加工工艺研究。E-mail:xyxay@126.com; *通信作者:丁美宙, E-mail:dingmeizhou999@126.com;赵乐, E-mail:zhaol@ztri.com.cn

引文格式:熊安言,王洪波,赵冰,等.标记物法测定卷烟搭口胶的施胶量[J].烟草科技,2018,51(1):64-69.(XIONG Anyan, WANG Hongbo, ZHAO Bing, et al. Quantifying the amount of seam glue in cigarette tobacco rod with a marker method[J]. Tobacco Science & Technology, 2018, 51(1): 64-69.) DOI:10.16135/j.issn1002-0861.2017.0132

影响卷烟的内在感官品质及危害人体健康^[1-5-6]。搭口胶施胶量过多,易造成烟支溢胶、黏连等现象;施胶量过少,易造成烟支爆口、翘边等质量缺陷^[1]。因此,卷烟搭口胶的施胶量不仅影响卷烟烟气的感官品质,而且影响卷烟的外观质量。控制卷烟搭口胶的施胶量并实现均匀施胶一直是烟草工艺研究方向的重要课题之一。

由于卷烟机操作人员间的操作控制有差别,使得每台卷烟机的搭口胶施胶量存在一定差异,可能对不同烟支的感官质量产生影响。以往是通过位于高处的胶槽实现重力控制搭口胶施胶量,这样往往造成胶缸在搭口胶高位和低位时的施胶量有较大差异。为实现施胶量的均匀控制,卷烟搭口胶施胶量在线控制系统的研发成为卷烟工艺的热点之一,并已研发出多款搭口胶施胶量在线控制系统^[7-8];该系统的首要前提就是设定施胶量,然后再通过控制技术提高施胶的均匀性和准确性。由于目前行业尚没有卷烟烟支中搭口胶施胶量的准确测定方法,因此对搭口胶施胶量在线控制系统的精确性和稳定性难以进行准确评价。以往对卷烟搭口胶施胶量的测定往往是通过在卷烟机车速稳定条件下,称取施胶枪口流出的搭口胶的质量,估算得到一段时间内所生产的卷烟烟支的平均施胶量,但该结果并不能准确反映卷烟烟支施胶量的均匀性。因此,建立单支卷烟中搭口胶施胶量的准确测定方法非常必要。为此,通过筛选卷烟搭口胶标记物,采用 ICP-MS 法测定实验卷烟烟支和对照卷烟烟支卷烟纸空筒部分中的标记物,实现单支卷烟中搭口胶施胶量的准确测定,旨在为卷烟搭口胶施胶均匀性的检测以及搭口胶施胶量控制设备的研发提供技术支持。

1 材料与方 法

1.1 材料、试剂和仪器

烟用搭口胶、实验卷烟烟支(河南中烟工业有限责任公司提供)。

ZnCl₂(优级纯,中国医药集团公司);浓硝酸(65%,优级纯,德国 Merck 公司);过氧化氢(30%,AR,德国 Merck 公司);10 μg/mL 混合内标储备溶液(包括⁶Li、^{Sc}、^{Ge}、^{In}和^{Bi},5% HNO₃介质),Zn 元素标准溶液(100 mg/L)(美国 Agilent 公司);水为超纯水。

Agilent 7500a 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)仪(美国 Agilent 公司);ICS-3000 离子色谱仪(美国 DIONEX 公司);CP224S 电子天平(感量 0.000 1 g,德国 Sartorius 公司);MARS-5 微

波消解仪(美国 CEM 公司);Milli-Q 超纯水仪(美国 Millipore 公司);智能数字化搭口胶施胶量在线控制系统(河南中烟工业有限责任公司研发);游标卡尺(精度 0.02 mm,德国 Masterproof 公司)。

1.2 方法

1.2.1 含标记物搭口胶样品制备

称取 5.0 g 标记物样品,加入少量水使其完全溶解,在不断搅拌下滴加于 1 000 g 搭口胶样品中,滴加完毕后再搅拌 2 h,放置过夜,使胶黏剂更加均匀。同时,制作只添加少量水的对照卷烟搭口胶样品。

1.2.2 卷烟制作

在卷烟机正常生产条件下,用含有标记物的卷烟搭口胶样品和对照卷烟搭口胶样品作搭口胶,分别制作实验卷烟样品。

1.2.3 含标记物搭口胶样品中标记物测定及施胶量计算

将制备好的卷烟样品,去除卷烟烟支中烟丝部分,准确截取 5 cm(l ,游标卡尺测量)含有搭口胶的烟支空筒部分于微波消解罐中,加入 5 mL 浓硝酸和 1 mL 过氧化氢进行微波消解。微波消解程序:30 ℃ $\xrightarrow{20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}}$ 100 ℃ (5 min) $\xrightarrow{5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}}$ 130 ℃ (5 min) $\xrightarrow{10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}}$ 190 ℃ (20 min)。将微波消解溶液转移至 PET(聚对苯二甲酸乙二醇酯)塑料瓶中,用少量超纯水冲洗消解罐和盖子各 5 次,将洗涤液转移至 PET 塑料瓶中与消解液合并,用超纯水定容至 50 mL,摇匀,得到含有标记物的样品溶液。然后以⁷²Ge 为内标,⁶⁶Zn 为待测质量数,采用 ICP-MS 法测定锌元素^[9],从而得到截取烟支段 Zn 离子浓度 C (μg/支),ICP-MS 仪器条件见表 1。同时,按此方法测定添加标记物的搭口胶样品中 Zn 离子浓度 C_0 (mg/g)。再依据测定的每支卷烟的卷烟纸长度 l_0 (cm)及截取烟支空筒的卷烟纸长度 l (cm),利用公式(1)计算卷烟消耗搭口胶的量 G (μg/支),即可得到每支卷烟中搭口胶的施胶量。

$$G = \frac{C \times l_0}{C_0 \times l} \quad (1)$$

1.2.4 施胶量的传统法测定

在卷烟机车速(S ,千支/min)稳定的前提下,将搭口胶涂于烟支上,用预先称好质量(G_0 ,mg)的空烧杯收集从胶枪口流出的搭口胶,同时计时;计时达 H (min)后迅速移开烧杯,称取含搭口胶的烧杯的质量(G_1 ,mg)。利用公式(2)计算卷烟消耗搭口胶的量(G ,mg/千支),即施胶量。

$$G = (G_1 - G_0) / (S \times H) \quad (2)$$

表1 ICP-MS法的仪器检测条件

Tab.1 Instrumental conditions of ICP-MS method

仪器参数	参数值	仪器参数	参数值
射频功率/W	1 320	蠕动泵采集转速/(r·s ⁻¹)	0.1
载气流速/(L·min ⁻¹)	1.03	蠕动泵提升转速/(r·s ⁻¹)	0.3
采样深度/mm	6.7	蠕动泵提升时间/s	30
雾化器	Babington(规格)	蠕动泵稳定时间/s	45
雾化室温度/℃	2	重复采集次数/次	3

2 结果与讨论

2.1 标记物的选择

卷烟搭口胶通常为乙酸乙烯酯-乙烯共聚物(VAE)、聚乙烯醇与水的均相乳液,固含量50%左右,其余为水分。标记物的选取依据:选择卷烟搭口胶和去除烟丝的空筒卷烟纸部分中无残留或质量分数极低,且便于检测的物质;此外,标记物应溶于水,与VAE不发生反应。这是由于无残留或

质量分数极低的物质作为标记物,可以减少干扰;以便于检测的物质作为标记物,可方便快速地检测,提高效率。由于卷烟纸样品的基质主要为木浆纤维、碳酸钙、助燃剂及助剂,而搭口胶的成分主要为有机物,经硝酸消解后存在的元素主要为K、Na、Mg、Fe和Ca等元素,以及极少量的杂质元素和无机阴离子。因此,通过ICP-MS和离子色谱仪考察了搭口胶和去除烟丝的卷烟纸空筒中部分金属元素和无机阴离子的残留量^[10-12],结果见表2。

表2 搭口胶和去除烟丝的空筒卷烟纸中金属元素和无机阴离子的残留量

Tab.2 Cation and anion residues in seam glue and empty cigarette paper tube without cut tobacco

样品	金属元素/(μg·g ⁻¹)					
	Mg	Fe	Mn	Cu	Zn	Ni
搭口胶	—	0.11	—	—	—	—
去除烟丝的空筒卷烟纸	0.36	0.20	0.13	0.09	0.05	—
样品	无机阴离子/(mg·g ⁻¹)					
	柠檬酸根	乙酸根	NO ₃ ⁻	PO ₄ ³⁻	SO ₄ ²⁻	Cl ⁻
搭口胶	—	0.55	1.35	—	—	—
去除烟丝的空筒卷烟纸	0.95	0.35	0.22	0.73	0.05	0.06

依据标记物选取原则和表2中的测定结果可知,适合于作为标记物的物质主要有Zn、Ni、Cu、硫酸根和Cl⁻离子。由于Ni为重金属、Cu(I、II)离子稳定性较差以及搭口胶固化后硫酸根和Cl⁻离子不易萃取等原因,Cu、Ni、硫酸根和Cl⁻离子不宜作为本方法中的标记物。为尽可能少添加标记物,且因氯化锌易溶于水,又不与VAE乳液发生反应,以锌离子形式存在;在不断搅拌情况下缓慢滴加至搭口胶中,可实现均匀分散。因此,选择氯化锌作为标记物,可满足快速准确检测的要求。

2.2 标记物的检测方法

关于锌元素的检测方法主要有ICP-MS^[13]或

ICP-AES^[14]、比色法^[15]、滴定法^[16]和原子吸收法^[17]等,样品往往需要消解后检测;由于原子吸收法、ICP-MS或ICP-AES样品具有检测速度快、效率高和干扰小等特点,因此,在实验中选择ICP-MS进行标记物——锌元素的测定,并考察了方法的线性范围、检出限、重复性和加标回收率。

2.2.1 方法的线性范围、检出限和重复性

按照实验方法,对最低浓度标准0.5 μg/L溶液进行连续20次测定,得到检测最低浓度溶液的标准偏差(σ),以3倍σ为方法的检出限,以10倍σ为方法的定量限,同时考察了添加不同量标记物样品方法的重复性,结果见表3。

表3 ICP-MS方法的检出限和重复性(n=6)

Tab.3 Limit of detection and repeatability of ICP-MS method (n=6)

元素	线性范围/(μg·L ⁻¹)	相关系数r	检出限/(μg·L ⁻¹)	RSD/%
Zn	0~200	0.999 9	0.021	0.85~1.35

2.2.2 回收率

将添加标记物的搭口胶制作成卷烟样品,并制作成卷烟空筒。分别截取12支5 cm卷烟纸空

筒于微波消解罐中,分成4组,每组依次添加0、0.05、0.2和0.5 μg的Zn标准溶液,然后依次加入5 mL浓硝酸和1 mL过氧化氢进行微波消解,再用

ICP-MS法对样品溶液中Zn进行测定,结果见表4。

从表3和表4可知,本方法的检出限较低,相对标准偏差(RSD)在0.85%~1.35%之间,样品的加

标回收率在97.8%~103.4%之间,表明本方法的检测范围宽、灵敏度高、重复性好,且具有较好的样品加标回收率。

表4 ICP-MS方法的加标回收率(n=3)

Tab.4 Recoveries of the standard of ICP-MS method (n=3)

原含量/ μg	添加量/ μg	加标水平1		加标水平2		加标水平3	
		测定量/ μg	回收率/%	测定量/ μg	回收率/%	测定量/ μg	回收率/%
1.983	0.5	2.472	97.8	2.500	103.4	2.482	99.8
	2.0	3.975	99.6	3.995	100.6	3.982	100.0
	4.0	5.950	99.2	5.953	99.3	5.96	99.4

2.3 标记物添加量的选择

考察了卷烟搭口胶中不同添加量标记物对检测结果的影响。结果(图1)表明,在同一卷烟搭口胶用量和稳定车速7000支/min条件下,随标记物添加量的增加,每支卷烟标记物检测结果的RSD先降低后增加;标记物添加量在2.5~6.0 mg/g之间时,检测结果的RSD < 2.0%(n=10)。因此,控制卷烟搭口胶标记物添加量在2.5~6.0 mg/g之间。

2.4 卷烟搭口胶用量测定的重复性

选择标记物锌元素添加量为3.85 mg/g 卷烟搭口胶卷制卷烟样品,按照本方法测定了每支卷烟搭口胶的施胶量,结果见表5。可知,在不同施胶量水平下,不同烟支施胶量测定值的RSD均小于

3.0%,表明本方法的重复性较好。

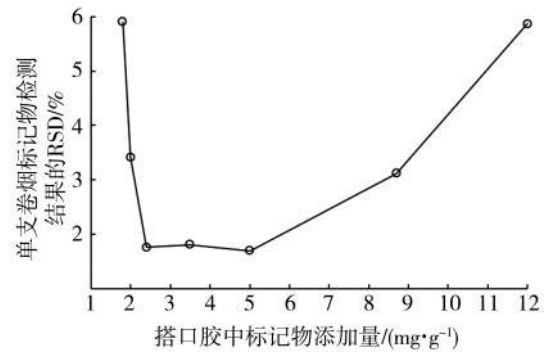


图1 搭口胶中标记物不同添加量对单支卷烟标记物检测结果的影响

Fig.1 Effects of marker addition rate in seam glue on determined result in a single cigarette

表5 卷烟搭口胶施胶量的设计值与测定值 (n=6)

Tab.5 Designed and determined values of seam glue (n=6)

序号	施胶量设计值/($\mu\text{g}\cdot\text{支}^{-1}$)	施胶量测定值/($\mu\text{g}\cdot\text{支}^{-1}$)						平均值	RSD/%
		1	2	3	4	5	6		
1	1.7	1.60	1.71	1.66	1.61	1.68	1.68	1.66	2.6
2	2.0	1.97	2.00	1.98	1.96	2.01	1.94	1.98	1.2
3	2.5	2.39	2.35	2.50	2.41	2.43	2.39	2.41	2.1
4	3.5	3.37	3.33	3.41	3.37	3.36	3.45	3.37	1.2

2.5 传统方法测定的施胶量

施胶量的传统方法^[18]测定结果(表6)表明,传统施胶量测定方法的RSD ≤ 3.3%,能够准确测定5000~7000支/min稳定车速下一段时间内的施胶量,经计算可得该段时间内单支卷烟烟支的平均施胶量。

2.6 方法比较

将卷烟搭口胶施胶量在线智能数字化自动供胶系统搭载于卷烟机上,分别设定施胶量参数为1.5、2.0、2.5、3.0和4.0 $\mu\text{g}/\text{支}$,按照传统施胶量测定方法(1.2.4节),收集了稳定卷烟机车速下3min时间内从施胶枪口流出的搭口胶的质量,通过将流

表6 施胶量的传统方法测定结果(n=6)

Tab.6 Glue amount determined by traditional method (n=6)

序号	车速/(千支· min^{-1})	施胶量测定结果/($\text{mg}\cdot\text{千支}^{-1}$)						平均值	RSD/%
		1	2	3	4	5	6		
1	5.0	2.123	2.208	2.145	2.251	2.241	2.308	2.213	3.1
2	6.0	2.306	2.289	2.216	2.197	2.305	2.408	2.287	3.3
3	6.5	3.125	3.089	2.998	3.067	3.257	3.198	3.122	3.0
4	7.0	2.684	2.598	2.718	2.834	2.807	2.684	2.721	3.2

出胶的质量除以卷烟机车速,计算得到单支卷烟平均施胶量的估测值。从实验开始任取 10 支卷烟

样品,按照实验方法进行单支卷烟搭口胶准确施胶量的测定,结果见表 7。

表 7 本实验方法和传统方法实验结果的比较 (n=10)

Tab.7 Result comparison between the marker method and traditional method (n=10)

序号	设计施胶量/($\mu\text{g}\cdot\text{支}^{-1}$)	本实验方法测定值/($\mu\text{g}\cdot\text{支}^{-1}$)	传统方法估测值/($\text{mg}\cdot\text{千支}^{-1}$)	偏差/% ^①
1	1.5	1.45	1.501	-3.4
2	2.0	1.93	2.010	-4.0
3	2.5	2.43	2.500	-2.8
4	3.0	2.96	3.008	-1.6
5	4.0	3.89	4.006	-2.9

注:①偏差的计算方法为[(本方法测定值-设计施胶量)/设计施胶量]×100%。

从表 7 可以看出,两种卷烟烟支搭口胶施胶量测定结果偏差的绝对值≤4.0%,表明本实验方法与传统测定方法的结果一致。本方法测定值略低于传统方法,可能是因为传统方法测定施胶量时,胶黏剂直接流入接收器皿中,即在没有阻力情况下胶黏剂自动溢出;而实际卷烟生产中,在卷烟纸运动走纸过程中搭口胶均匀涂抹到卷烟纸上,卷烟纸有一定阻力作用使胶黏剂流出相对少。采用本方法测定的搭口胶施胶量是单支卷烟的搭口胶施胶量,该测定结果也可以用来校准在线施胶量控制系统,而传统方法只能得到稳定卷烟车速下某一时间段内卷烟烟支的平均施胶量。

3 结论

建立了一种以锌离子为标记物的卷烟烟支搭口胶施胶量快速准确的测定方法,本方法具有样品前处理简单、结果准确可靠、重复性好等特点,且实验测定值与搭口胶施胶量在线控制系统的设计值基本一致。本方法可适用于卷烟烟支中搭口胶施胶量的准确测定以及卷烟搭口胶施胶量控制系统的校准。

参考文献

[1] 温光和,沈靖轩,马涛,等. 新型搭口胶的制备及其对卷烟品质的影响[J]. 应用化工, 2010, 39(11): 1722-1725.
WEN Guanghe, SHEN Jingxuan, MA Tao, et al. Preparation of new seam adhesive and its influences on cigarette quality[J]. Applied Chemical Industry, 2010, 39(11): 1722-1725.

[2] 姚青,张颖. 卷烟搭口胶的裂解-气相色谱-质谱分析[J]. 分析测试学报, 2007, 26(9): 303-304.
YAO Qing, ZHANG Ying. Compared with several kinds of method in tobacco flavor and perfume by gas chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Instrumental Analysis, 2007, 26(9): 303-304.

[3] 肖卫强,李海锋,曹得坡,等. 卷烟胶热裂解产物的对比分析[J]. 中国胶粘剂, 2015, 24(2): 10-13.
XIAO Weiqiang, LI Haifeng, CAO Depo, et al. Contrastive analysis of pyrolysis product of cigarette adhesives[J]. China Adhesives, 2015, 24(2): 10-13.

[4] 李国政,宋金勇,邱建华,等. 烟用水基胶的热裂解-气相色谱/质谱法分析[J]. 安徽农业科学, 2012, 40(9): 5361-5362.
LI Guozheng, SONG Jinyong, QIU Jianhua, et al. Analysis of cigarette water-based adhesive by Py-GC/MS[J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2012, 40(9): 5361-5362.

[5] 于建军. 卷烟工艺学[M]. 北京: 中国农业出版社, 2009.

[6] 尹俊林,牟定荣,温光和,等. 卷烟搭口胶现状和发展[J]. 中国胶粘剂, 2015, 14(10): 43-46.
YIN Junlin, MOU Dingrong, WEN Guanghe, et al. Present situation and development of cigarette lap adhesive[J]. China Adhesives, 2015, 14(10): 43-46.

[7] 鲁才略. 卷烟搭口上胶装置: CN200820082431.7[P]. 2008-11-19.

[8] 王爱成. 一种卷烟机供胶装置: CN102488324 A[P]. 2012-06-13.

[9] GB 31604—2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 砷、镉、铬、铅的测定和砷、镉、铬、镍、铅、锑、锌迁移量的测定[S].

[10] YC/T 248—2008 烟草及烟草制品 无机阴离子的测定 离子色谱法[S].
YC/T 248—2008 Tobacco and tobacco products—Determination of inorganic anion—Ion chromatographic method[S].

[11] YC/T 275—2008 卷烟纸中柠檬酸根离子、磷酸根离子和醋酸根离子的测定 离子色谱法[S].
YC/T 275—2008 Determination of citrate, phosphate and acetate—Ion chromatographic method[S].

[12] YC/T 380—2010 烟草及烟草制品 铬、镍、砷、硒、镉、铅的测定 电感耦合等离子体质谱法[S].
YC/T 380—2010 Tobacco and tobacco products—

- Determination of chromium, nickel, arsenic, selenium, cadmium, lead—Inductively coupled plasma mass spectrometry[S].
- [13] 王洪波,郭军伟,王晓瑜,等. 电感耦合等离子体质谱法快速测定新鲜烟叶中的 9 种营养元素[J]. 烟草科技,2014(6):41-44.
WANG Hongbo, GUO Junwei, WANG Xiaoyu, et al. Determination of nine nutrient elements in fresh tobacco leaves by ICP-MS[J]. Tobacco Science & Technology, 2014(6):41-44.
- [14] 傅明,陈新焕,杨万彪,等. 微波消解 ICP-AES 法测定茶叶中铅、砷、铜、铁、锌、硒等 12 种元素的含量[J]. 食品科学,2001,22(11):76-78.
FU Ming, CHEN Xinhuan, YANG Wanbiao, et al. Determination of lead, arsenic, copper, iron, zinc, selenium all together 12 elements in tea by microwave-ICP-AES[J]. Food Science, 2001, 22(11):76-78.
- [15] 吴悠,周涵黎,梅霜,等. 二硫腈比色法测定核桃多肽口服乳剂中锌含量[J]. 食品研究与开发,2017,38(7):126-129.
WU You, ZHOU Hanli, MEI Shuang, et al. Determination of zinc concentration in walnut polypeptide oral emulsion by dithizone colorimetry[J]. Food Research and Development, 2017, 38(7):126-129.
- [16] 李颜君. EDTA 滴定法测定锌精矿中锌含量方法的改进[J]. 冶金分析,2014,34(7):47-50.
LI Yanjun. Method improvement on the determination of zinc in zinc concentrate by EDTA titrimetry[J]. Metallurgical Analysis, 2014, 34(7):47-50.
- [17] 何绍攀,范广宇,蒋小明,等. 钨丝电热原子吸收光谱分析法测定痕量锌[J]. 分析化学,2010,38(5):707-710.
HE Shaopan, FAN Guangyu, JIANG Xiaoming, et al. Determination of trace zinc by W-coil electrothermal atomic absorption spectrometry[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2010, 38(5):707-710.
- [18] 熊安言,郜海民,张爱忠,等. 不同搭口胶施胶量对卷烟质量的影响[J]. 科技通报,2015,31(9):120-122.
XIONG Anyan, GAO Haimin, ZHANG Aizhong, et al. Effect of different cigarette lap adhesive glue quantity on cigarette quality[J]. Bulletin of Science and Technology, 2015, 31(9):120-122.

责任编辑 茹呈杰

(上接第 63 页)

- ZHU Bin, XU Xinrong, XIANG Hong, et al. Determination of residual solvents in cigarette materials by headspace gas chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Chinese Mass Spectrometry Society, 2010, 31(2):116-119.
- [14] 张凤梅,司晓喜,朱瑞芝,等. 顶空-气相色谱质谱联用法测定热熔胶中的苯及苯系物[J]. 烟草科技, 2016, 49(4):61-66.
ZHANG Fengmei, SI Xiaoxi, ZHU Ruizhi, et al. Determination of benzene and its homologues in hot melt adhesives by headspace gas chromatography-mass spectrometry[J]. Tobacco Science & Technology, 2016, 49(4):61-66.
- [15] 卢斌斌,张璟琳,曾世通,等. 静态顶空-GC/MS 技术分析浸膏中的溶剂残留[J]. 烟草科技, 2016, 49(10):60-65.
LU Binbin, ZHANG Jinglin, ZENG Shitong, et al. Residual solvent analyses in plant extracts by static headspace gas chromatography-mass spectrometry[J]. Tobacco Science & Technology, 2016, 49(10):60-65.
- [16] Serrano M, Gallego M, Silva M. Static headspace gas chromatography-mass spectrometry for the one-step derivatisation and extraction of eleven aldehydes in drinking water[J]. Journal of Chromatography A, 2013, 1307:158-165.
- [17] Zhang S X, Chai X S, Jiang R. Accurate determination of residual acrylic acid in superabsorbent polymer of hygiene products by headspace gas chromatography[J]. Journal of Chromatography A, 2017, 1485:20-23.
- [18] Xie W Q, Chai X S. An efficient method for determining acid value in edible oils by solvent-assisted headspace gas chromatography[J]. Analytical Methods, 2016, 8(29):5789-5793.
- [19] Takeuchi A, Takigawa T, Abe M, et al. Determination of formaldehyde in urine by headspace gas chromatography[J]. Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology, 2007, 79(1):1-4.

责任编辑 洪广峰