

P&T-GC-MS 法测定丝束加香滤棒中特征成分及其转移行为

宁振兴¹, 张玳婕², 杨龙彦¹, 李季刚¹, 黄善松¹, 班强¹, 张峻松²

(1.广西中烟工业有限责任公司 技术中心, 南宁 530001; 2.郑州轻工业大学 食品与生物工程学院, 郑州 450001)

摘要: **目的** 为形成丝束加香滤棒中香味成分的监测体系。**方法** 利用吹扫捕集-气相色谱质谱联用技术, 建立丝束加香滤棒中特征香味成分的检测方法, 并研究特征香味成分向主流烟气的转移行为。**结果** 吹扫捕集最优参数条件为吹扫时间 14 min、吹扫温度 75 °C、吹扫流量 50 min/mL、解析温度 215 °C, 此时香气成分的扫捕集效率最高; 9 种主要香味成分在 0.2~200 ng/mL 线性良好 ($r>0.9990$), RSD 为 0.15%~3.97% ($n=6$), 回收率为 83.91%~103.31%, 检出限为 0.37 ~13.50 ng/mL, 定量限为 1.23~44.99 ng/mL; 主要香味成分向主流烟气粒相物的转移率为 1.04%~8.63%, 由大到小依次为醛类、烯烃类、酯类; 丝束加香滤棒中香味成分的滤嘴残留率为 74.15%~85.71%, 大部分的香味成分被截留在滤嘴中。**结论** 该方法前检出限低、处理过程简单、重复性好、灵敏度高, 适用于丝束加香滤棒中香味成分的检测分析。

关键词: 吹扫捕集; 气相色谱-质谱联用仪; 丝束加香滤棒; 香味成分

中图分类号: TS426 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2022)01-0158-09

DOI: 10.19554/j.cnki.1001-3563.2022.01.020

Determination of Characteristic Components in Tow Flavored Filter Sticks by P&T-GC-MS and Their Transfer Behavior

NING Zhen-xing¹, ZHANG Ding-jie², YANG Long-yan¹, LI Ji-gang¹, HUANG Shan-song¹,
BAN Qiang¹, ZHANG Jun-song²

(1.China Tobacco Guangxi Industrial Co., Ltd., Nanning 530001, China; 2.College of Food and Bioengineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China)

ABSTRACT: The work aims to form a monitoring system for the aroma components in tow flavored filter sticks. Purge & Trap-Gas Chromatography-Mass Spectrometry/SIM (P&T-GC-MS/SIM) was used to establish a detection method for the characteristic aroma components in tow flavored filter sticks and study the transfer behavior of characteristic aroma components to mainstream smoke. The optimal parameters of Purge & Trap were: 14 min of purging time, 75 °C of surging temperature, 50 min/mL of surging flow and 215 °C of decomposition temperature, and the Surge & Trap efficiency of aroma components under these conditions was the highest. The 9 aroma components showed good linearity at 0.2~200 ng/mL ($r>0.9990$), with RSD of 0.15%~3.97% ($n=6$), recovery rate of 83.91%~103.31%, limit of detection of 0.37 ~ 13.50 ng/mL and limit of quantification of 1.23~44.99 ng/mL. The transfer rate of main aroma components to particulate matter in mainstream smoke was 1.04%~8.63%, and descending order was aldehydes, olefins and esters. The residue rate of aroma components in the tow flavored filter stick was 74.15%~85.71%, and most of the aroma components were trapped in the filter. The method has the advantages of low detection limit, simple treatment process, good repeatability

收稿日期: 2021-04-22

基金项目: 广西中烟工业有限责任公司科技项目 (2020450000340026)

作者简介: 宁振兴 (1974—), 男, 工程师, 主要研究方向为卷烟产品研发。

通信作者: 张峻松 (1971—), 男, 博士, 郑州轻工业大学教授, 主要研究方向为烟草化学。

and high sensitivity, and is suitable for the detection and analysis of aroma components in the tow flavored filter sticks.

KEY WORDS: Purge & trap; gas chromatography-mass spectrometry; tow flavored filter stick; aroma components

丝束加香法指将香精香料溶于溶剂后喷洒至丝束表面制成加香滤棒的加香方法^[1-2], 该方法具有加香均匀、香料不经高温裂解直接向主流烟气转移的优势^[3-6]。由于其加香量过低, 香精香料的添加范围在 5~500 ng/支^[7], 采用超声波萃取法^[8-9]、同时蒸馏萃取法^[10-11]、固相微萃取法^[12-13]等常规前处理方法, 不能达到气相色谱质谱联用仪的检出限, 无法对滤棒中的香味成分准确地进行定性定量分析, 因此目前烟草行业内对于丝束加香滤棒中特征香味成分的检测方法鲜有报道^[14]。吹扫捕集技术指用流动的惰性气体对样品进行持续吹扫, 使样品中的挥发性物质逸出, 利用装有吸附剂的捕集装置对挥发物进行浓缩, 然后进行热脱附分析的前处理方法^[15-17]。该方法因具有较好的富集能力, 检出限较其他常规前处理方法低 10~1000 倍^[18], 且前处理过程简单, 可以有效避免溶剂的二次污染, 适用于挥发和半挥发痕量样品的分析^[19]。目前, 吹扫捕集技术已在卷烟烟丝^[20]、卷烟包装材料^[21-22]、土壤^[23]、饮用水^[24-25]等方面有所应用。该研究对吹扫捕集-气相色谱质谱联用技术 (Purge&Trap-Gas Chromatography-Mass Spectrometry/SIM, P&T-GC-MS/SIM) 在选择离子监测模式下的参数条件进行优化, 建立一种丝束加香滤棒中特征香味成分的检测分析方法, 并利用该方法对丝束加香滤棒中特征香味成分的转移行为进行研究, 旨在为丝束加香滤棒的质量稳定性监测提供技术支撑。

1 实验

1.1 材料、试剂和仪器

主要材料: 丝束加香卷烟、空白卷烟, 由广西中烟工业有限责任公司提供。

主要试剂: 无水乙醇、甲醇, 质量分数≥99.9%, 天津市大茂化学试剂厂; 标准品为 2-甲基丁酸乙酯、丙酸丁酯、 α -蒎烯、苯甲醛、正辛醛、D-柠檬烯、异戊酸异戊酯、薄荷醇、癸醛, 各标品纯度均≥98%, 北京百灵威科技有限公司; 超纯水。

主要仪器: EL204 型电子天平, 瑞士 Mettler Toledo 公司; 7890B/5977A 气相色谱/质谱联用仪, 美国 Agilent 公司; Atomx XYZ 吹扫捕集装置, 美国泰克玛 Tekmar 有限公司。

1.2 方法

1.2.1 标准工作溶液的配制

准确称取各标准品 0.02 g, 将其配制成质量浓度为 0.2 $\mu\text{g/mL}$ 的乙醇-水混合标准中储液。用超纯水将

标样储备液逐级稀释, 得到质量浓度分别约为 0.20, 0.80, 1.60, 4.00, 10.00, 20.00, 50.00, 80.00, 140.00, 200.00 ng/mL 的 1~10 级标准工作溶液, 各取 1 μL 于 40 mL 吹扫捕集瓶中, 进行 P&T-GC-MS 分析。

1.2.2 样品前处理

选取 1 支丝束加香卷烟, 将滤嘴剥出, 剪碎后置于 40 mL 吹扫捕集瓶中, 加入 10 mL 超纯水, 待上样进行 P&T-GC-MS 分析, P&T 分析条件见表 1, GC-MS 分析条件见表 2。采用 NIST14 库检索, 对样品进行定性分析, 用相对峰面积进行半定量分析, 所选主要香味成分保留时间、定量、定性离子见表 3。

表 1 P&T 的分析条件
Tab.1 P & T analysis conditions

名称	设定参数
吹扫流量	40 mL/min
吹扫温度	70 °C
预热时间	2 min
吹扫时间	11 min
干吹时间	2 min
捕集阱温度	25 min
解吸温度	220 °C
解析时间	2 min
载气	高纯氮气 (纯度≥99.999%)

表 2 GC-MS 的分析条件
Tab.2 GC-MS analysis conditions

名称	设定参数
色谱柱	HP-5MS (60 m×0.25 mm×0.25 μm)
载气和流量	He 和 1.0 mL/min
进样量	1 μL
进样口温度	280 °C
分流比	3 : 1
升温程序	初温 50 °C, 保持 2 min 以 6 °C/min 的速率升温至 260 °C, 保持 20 min
传输线温度	280 °C
离子源温度	230 °C
电离方式	EI
电离能量	70 eV
质量扫描范围	35~350 amu
溶剂延迟	7 min

表3 丝束加香滤棒中主要香味成分的保留时间、定量和定性离子
Tab.3 Retention time and quantitative and qualitative ions of main aroma components in tow flavored filter sticks

保留时间/min	化合物名称	定量离子质核比	定性离子质核比
18.16	2-甲基丁酸乙酯	57	41 102
21.35	丙酸丁酯	57	2975
22.67	α -蒎烯	93	4177
24.02	苯甲醛	106	5177
26.00	辛醛	43	5684
27.23	D-柠檬烯	68	7993
34.05	异戊酸异戊酯	70	4385
33.31	薄荷醇	71	8195
34.42	癸醛	57	4370

1.2.3 主要香味成分向主流烟气转移率、滤嘴残留率的测定

1.2.3.1 主流烟气中香味成分的捕集

将丝束加香卷烟样品和剑桥滤片置于恒温恒湿箱中,在温度为(22±2)°C、相对湿度为(60±2)%的条件下平衡48 h,利用吸烟机按GB/T 19609—2004^[26]规定的方法抽吸卷烟,用剑桥滤片捕集1支卷烟的烟气总粒相物,五连瓶捕集主流烟气的相物,保留滤嘴。抽吸完毕后,分别将剑桥滤片和滤嘴剪碎后置于40 mL吹扫捕集瓶中,依次加入30 mL超纯水;用二氯甲烷冷阱捕集气相物置于浓缩瓶中,在水浴锅中将其浓缩至1.0 mL,取1 μ L置吹扫捕集瓶中,加入10 mL超纯水,进行P&T-GC-MS分析。

1.2.3.2 转移率、残留率的分析

根据式(1)计算丝束加香卷烟滤棒中主要香味成分向主流烟气粒相物的转移率 Y_1 :

$$Y_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad (1)$$

根据式(2)计算丝束加香卷烟滤棒中主要香味成分向主流烟气的相物的转移率 Y_2 :

$$Y_2 = \frac{m_2 - m_0}{m} \times 100\% \quad (2)$$

根据式(3)计算丝束加香卷烟滤棒中主要香味成分在滤嘴中的残留率 Y_3 :

$$Y_3 = \frac{m_3}{m} \times 100\% \quad (3)$$

式中: m_0 为空白卷烟抽吸香味成分的释放量(ng/支); m_1 为丝束加香卷烟抽吸主流烟气主要香味成分向主流烟气粒相物的释放量(ng/支); m_2 为丝束加香卷烟抽吸主流烟气主要香味成分向主流烟气的相物的释放量(ng/支); m_3 为丝束加香卷烟抽吸后滤嘴中的主要香味成分的截留量(ng/支)。

2 结果与讨论

2.1 丝束加香滤棒中主要香味成分的分析 and 确立

按照1.2.3节的实验方法,对丝束加香滤棒样品进行P&T-GC-MS分析,分析结果见表4。

结果表明,2-甲基丁酸乙酯、丙酸丁酯、 α -蒎烯、苯甲醛、正辛醛、D-柠檬烯、异戊酸异戊酯、薄荷醇、癸醛等9种香味成分的质量分数和匹配度较高,其中质量分数最高的苯甲醛能与烟草香味协调,增强烟草香气的自然风味,赋予卷烟坚果香和酒香等香韵^[27];薄荷醇具有薄荷样气味,有清新、甜、凉的口味,添加到卷烟中可以减轻刺激性、掩盖杂气^[9];D-柠檬烯具有新鲜橘子的果香^[28]。选用苯甲醛、薄荷醇、D-柠檬烯等9种成分为丝束加香卷烟滤棒中的主要香味成分,进行后续条件优化和转移行为分析。

2.2 吹扫捕集参数的优化

2.2.1 吹扫时间

考察不同吹扫时间(8, 14, 20, 26, 32, 38, 44 min)对吹扫效果的影响。由图1可知,吹扫时间过短时,不足以将滤棒中的香气成分完全吹出,随着吹扫时间增加,香气成分总峰面积剧烈升高,当吹扫时间为14 min时,香气成分的总峰面积达到最高。随着吹扫时间的延长,香气成分的总峰面积呈先下降后升高的趋势,原因可能与捕集阱的位点有关,当捕集阱吸附饱和时,延长吹扫时间会发生穿透现象^[29],部分香味物质被吹落,香味成分总峰面积有所下降,穿透到一定程度时,捕集阱的位点出现空余,又可以继续吸附新的香味成分。当吹扫时间超过20 min后,香味成分的总峰面积呈上升的趋势。这种现象可能会

表 4 丝束加香滤棒主要香味成分的 GC-MS 分析结果
Tab.4 GC-MS analysis results of the main aroma components of tow flavored filter sticks

序号	保留时间/min	中文名称	匹配度	质量分数/%
1	15.27	丁酸乙酯	91	0.180±0.002 ^①
2	16.09	乙酸丁酯	50	0.057±0.002
3	18.16	2-甲基丁酸乙酯	94	5.723±0.025
4	20.95	庚醛	45	0.930±0.020
5	21.35	丙酸丁酯	90	6.670±0.020
6	22.64	α -蒎烯	95	2.629±0.030
7	24.01	苯甲醛	94	40.269±0.046
8	24.14	4-甲基-1-丙-2-基环己烯	87	1.173±0.068
9	25.04	1,3,5,7-环辛酸酯-1-丙醇	28	1.007±0.025
10	26.02	正辛醛	93	5.860±0.010
11	27.22	D-柠檬烯	95	7.557±0.021
12	28.93	苯乙酮	66	1.057±0.006
13	29.91	2-庚酮	59	1.377±0.025
14	30.43	壬醛	83	1.013±0.031
15	30.57	异戊酸异戊酯	91	12.894±0.062
16	32.91	苯丙醛	76	1.003±0.015
17	33.31	薄荷醇	93	6.057±0.040
18	34.41	癸醛	52	4.543±0.040

注: ①为标准偏差 ($n=3$)

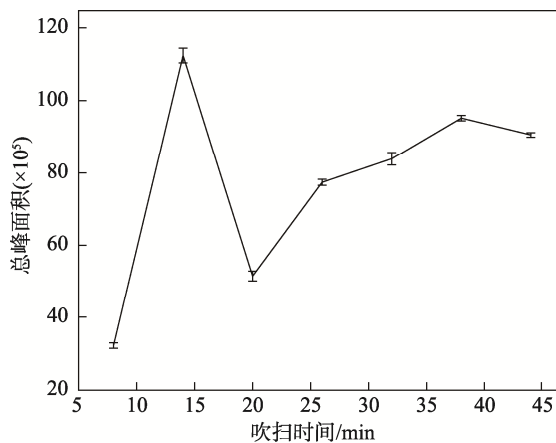


图 1 吹扫时间对香气成分捕集效率的影响

Fig.1 Effect of purging time on the trap efficiency of aroma components

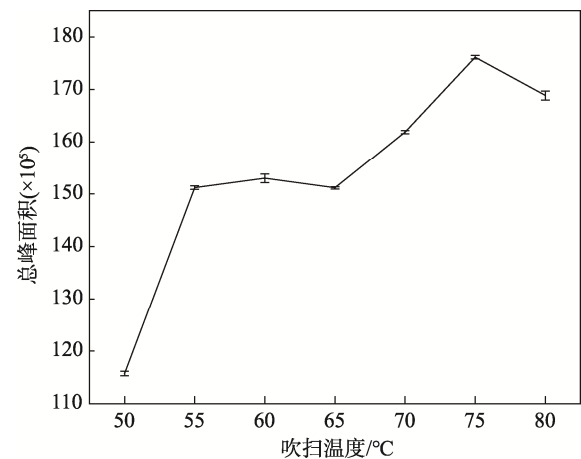


图 2 吹扫温度对香气成分捕集效率的影响

Fig.2 Effect of purging temperature on the trap efficiency of aroma components

重复出现,直至样品香味成分释放完全。综上所述,当吹扫时间为 14 min 时,香气成分的扫捕集效率最高,确定最佳吹扫时间为 14 min。

2.2.2 吹扫温度

考察不同吹扫温度 (50, 55, 60, 65, 70, 75, 80 °C) 对吹扫效果的影响,见图 2,随着温度的升高,

香气成分总峰面积不断增加,温度为 75 °C 时,香气成分的总量达到最高,说明随着吹扫温度的升高滤棒中的香气成分被逐渐释放,当温度过高时,香味物质的总峰面积有所降低,原因可能是温度太高造成部分香味成分分解^[30],导致香味成分总峰面积下降,确定最佳吹扫温度为 75 °C。

2.2.3 吹扫流量

考察不同吹扫流量 (30, 35, 40, 45, 50, 55 mL/min) 对萃取效果的影响。由图 3 可知, 香味成分总峰面积随着吹扫流量的增大而不断增加, 当吹扫流量为 50 mL/min 时, 吹出效率达到最大, 继续加大吹扫流量, 香气成分含量有所降低, 原因可能是挥发性成分发生了吸附穿透或二次解吸^[20], 确定最佳吹扫流量为 50 mL/min。

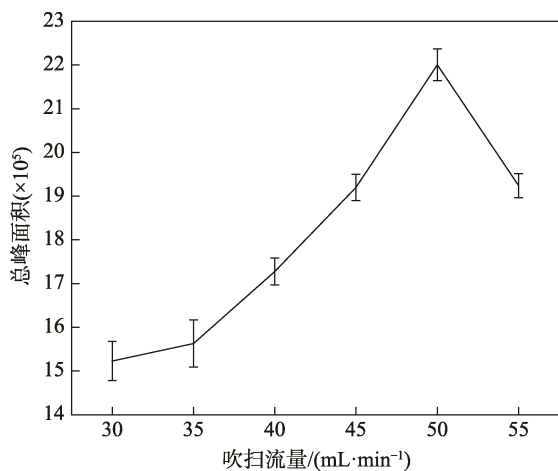


图 3 吹扫流量对香气成分捕集效率的影响
Fig.3 Effect of purging flow on the trap efficiency of aroma components

2.2.4 解吸温度

考察不同解吸温度 (210, 215, 220, 225, 230, 235, 240 °C) 对吹扫效率的影响。由图 4 可知, 香气成分总峰面积随解吸温度的升高呈现先上升后下降的趋势, 在 215 °C 时, 香气成分总峰面积达到最大, 确定最佳解吸温度确定为 215 °C。

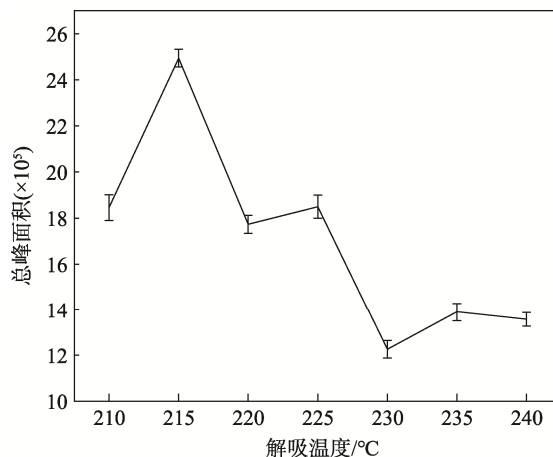


图 4 解吸温度对香气成分捕集效率的影响
Fig.4 Effect of decomposition temperature on the trap efficiency of aroma components

2.3 方法学评价

2.3.1 标准曲线、检出限和定量限

将所得峰面积 y 对标准系列的浓度 x 作图, 得到标准曲线和相关系数 r 。按照优化后的条件进行 6 次重复实验, 计算变异系数 (RSD)。以最低浓度标样的 3 倍标准偏差得到检出限, 以 10 倍标准偏差得到定量限 ($n=10$), 结果见表 5。结果表明, 滤棒中主要香味成分在 0.2~200 ng/mL 线性良好 ($r > 0.9990$), 9 种特征香味成分的 RSD 为 0.15%~3.97% ($n=6$), 检出限为 0.37~13.50 ng/mL, 定量限为 1.23~44.99 ng/mL, 该方法相较于其他方法富集能力强、检出限较低、重复性好, 适用于痕量样品的分析。

2.3.2 加标回收率

分别测定不同加标水平下 9 种特征香味成分的回收率, 每个样品平行测定 3 次, 结果见表 6, 滤棒

表 5 丝束加香滤棒中主要香味成分的线性方程、相关系数、检出限和定量限
Tab.5 Linear equation, correlation coefficient, detection limit and quantification limit of the main aroma components in tow flavored filter sticks

化合物名称	标准曲线	r	RSD/%	检出限/(ng·mL ⁻¹)	定量限/(ng·mL ⁻¹)
2-甲基丁酸乙酯	$y=1 \times 10^{-6}x+0.1853$	0.9991	1.08	0.56	1.87
丙酸丁酯	$y=2 \times 10^{-7}x+0.1965$	0.9993	3.97	0.38	1.26
α -蒎烯	$y=2 \times 10^{-6}x+0.2124$	0.9998	3.13	0.39	1.30
苯甲醛	$y=2 \times 10^{-9}x+0.2614$	0.9997	1.17	13.50	44.99
正辛醛	$y=1 \times 10^{-7}x+0.1836$	0.9993	1.86	6.75	22.49
D-柠檬烯	$y=9 \times 10^{-8}x+0.2384$	0.9995	1.14	6.95	23.17
异戊酸异戊酯	$y=1 \times 10^{-8}x+0.4633$	0.9998	0.15	1.10	3.66
薄荷醇	$y=5 \times 10^{-9}x+0.338$	0.9992	1.23	0.37	1.23
癸醛	$y=9 \times 10^{-7}x+0.2367$	0.9994	3.15	0.83	2.78

表 6 丝束加香滤棒中主要香味成分加标回收率的测定
Tab.6 Determination of the recovery rate of the main flavor components in the tow flavored filter sticks

成分	原质量分数/(ng·支 ⁻¹)	加标量/(ng·支 ⁻¹)	测定值/(ng·支 ⁻¹)	平均回收率/%
2-甲基丁酸乙酯	27.33±0.10	13.77±0.09	39.81±0.01	90.90±0.66
		28.16±0.09	53.85±0.03	94.29±0.34
		42.15±0.10	66.95±0.02	94.10±0.21
丙酸丁酯	14.94±0.07	7.54±0.08	21.57±0.02	88.65±1.23
		15.5±0.05	28.58±0.02	88.03±0.38
		22.59±0.05	36.19±0.01	94.15±0.29
α -蒎烯	7.19±0.06	3.67±0.10	10.45±0.01	88.26±1.17
		7.43±0.03	13.65±0.03	87.19±0.92
		10.74±0.02	17.13±0.03	92.58±0.35
苯甲醛	71.49±0.06	35.67±0.06	105.06±0.05	94.32±0.03
		72.81±0.04	142.89±0.05	98.16±0.09
		107.4±0.017	182.38±0.02	103.18±0.12
正辛醛	4.67±0.07	2.3±0.05	6.53±0.04	76.45±1.68
		4.29±0.03	8.38±0.02	86.79±1.60
		6.92±0.06	11.43±0.07	99.45±0.85
D-柠檬烯	6.36±0.08	3.12±0.03	9.39±0.03	93.55±1.72
		6.27±0.03	12.66±0.03	99.54±2.38
		9.18±0.04	15.69±0.02	101.57±1.18
异戊酸异戊酯	16.72±0.05	8.35±0.06	24.53±0.13	94.75±0.60
		15.67±0.05	31.43±0.03	93.30±0.68
		25.13±0.11	40.79±0.04	96.09±0.12
薄荷醇	2.85±0.07	1.44±0.06	4.05±0.01	84.38±0.41
		2.29±0.06	4.89±0.05	86.53±0.84
		4.82±0.04	7.367±0.03	93.87±0.15
癸醛	17.47±0.04	8.67±0.05	24.80±0.05	83.51±1.84
		16.73±0.04	32.74±0.03	91.19±0.57
		24.27±0.02	40.33±0.07	94.31±0.60

中 9 种特征香味成分的平均回收率在 83.51%~103.18%，结果表明，该方法回收率较高，适用于滤棒中的主要香味成分的测定分析。

2.4 主要香味成分向主流烟气的转移行为分析

丝束加香卷烟滤棒中主要香味成分向主流烟气的转移率和烟蒂残留率的测定结果见表 7。结果表明，主要香味成分向主流烟气粒相物的转移率为 1.04%~8.63%，由大到小依次为醛类、烯烃类、酯类，粒相

物转移率最低的是 2-甲基丁酸乙酯(1.04%)，可能是其分子量较小，不易被剑桥滤片捕集；主流烟气气相物的转移率较低，普遍介于 0.0004%~0.0685%，气相物转移率约为粒相物转移率的 1/1000~1/100；滤嘴残留率为 74.15%~85.71%，表明大部分的香味成分都留在滤嘴中，由大到小依次为酯类、烯烃类、醛类，这与主流烟气粒相物的转移率相对应；其中苯甲醛向主流烟气转移率和滤嘴残留率之和最高，其次是 D-柠檬烯，最低为癸醛，可能是因其挥发性较大，在抽吸过程中易发生逃逸^[9]。

表7 丝束加香卷烟中主要香味成分向主流烟气的转移率和烟蒂残留率
Tab.7 Transfer rate of main aroma components in tow flavored cigarettes to mainstream smoke and the residual rate of cigarette butts

化合物名称	主流烟气转移率/%		滤嘴残留率/%	主流烟气转移率与滤嘴残留率之和/%
	粒相物	气相物		
2-甲基丁酸乙酯	1.04±0.08	0.0392±0.0208	82.42±0.15	83.57±0.16
丙酸丁酯	3.42±0.04	0.0602±0.0015	81.19±0.11	84.57±0.15
α-蒎烯	2.45±0.03	0.0685±0.0010	78.93±0.06	81.18±0.09
苯甲醛	8.63±0.05	0.0305±0.0008	85.71±0.10	94.18±0.15
辛醛	2.64±0.04	0.0209±0.0008	83.74±0.07	86.40±0.08
D-柠檬烯	7.77±0.04	0.0308±0.0244	82.55±0.11	90.35±0.08
异戊酸异戊酯	2.10±0.03	0.0087±0.0111	79.14±0.09	81.23±0.08
薄荷醇	7.19±0.07	0.0004±0.0000	74.15±0.10	81.33±0.15
癸醛	3.13±0.03	0.0024±0.0003	76.31±0.09	79.29±0.06

3 结语

建立了丝束加香卷烟滤棒中主要香味成分的P&T-GC-MS分析方法,并研究了主要香味成分向主流烟气的转移行为。结果表明,吹扫捕集最优参数条件为吹扫时间14 min、吹扫温度75℃、吹扫流量50 mL/min、解析温度215℃时;所建方法在0.2~200 ng/mL线性良好,相关系数 $r \geq 0.9990$,精密密度(RSD)为0.15%~3.97%,回收率为83.91%~103.31%,检出限为0.37~13.50 ng/mL,定量限为1.23~44.99 ng/mL;该方法相较于其他方法富集能力强、检出限较低、提取时间短、回收率高、重复性好,适用于痕量样品的分析;主要香味成分向主流烟气粒相物的转移率在1.04%~8.63%,由大到小依次为醛类,烯炔类,酯类;滤嘴残留率在74.15%~85.71%,表明丝束加香滤棒中大部分的香味成分都截留在滤嘴中;向主流烟气转移率与滤嘴残留率之和最高的是苯甲醛,最低的为薄荷醇。

参考文献:

- [1] 张永江,冯银龙,李悦,等.一种烟支丝束加香装置:中国,208891713.U[P].2019-05-24.
ZHANG Yong-jiang, FENG Yin-long, LI Yue, et al. Cigarette Tow Perfuming Device: China, 208891713U[P]. 2019-05-24.
- [2] 黄凯,郑茜,袁海霞,等.一种新型滤嘴加香装置:中国,205547336.U[P].2016-09-07.
HUANG Kai, ZHENG Qian, YUAN Hai-xia, et al. A New Type of Perfuming Device for Filter Tips: China, 205547336U[P]. 2016-09-07.
- [3] 包秀萍,吴明美,刘煜宇,等.响应面法优化嘴棒功能香精及其在卷烟中的应用研究[J].安徽农业科学,2017,45(33):93-120.
BAO Xiu-ping, WU Ming-mei, LIU Yu-yu, et al. Response Surface Methodology to Optimize the Functional Flavor of Mouth Stick and Its Application in Cigarettes[J]. Anhui Agricultural Sciences, 2017, 45(33): 93-95.
- [4] 黄勇兵.代表性香料单体在中、低焦油卷烟中的转移行为研究[D].长沙:湖南师范大学,2014:1-81.
HUANG Yong-bin. Study on the Transfer Behavior of Representative Flavor Monomers in Medium and Low Tar Cigarettes[D]. Changsha: Hunan Normal University, 2014: 1-81.
- [5] 朱亚峰,胡军,唐荣成,等.卷烟滤嘴加香研究进展[J].中国烟草学报,2011,17(6):104-109.
ZHU Ya-feng, Hu Jun, TANG Rong-cheng, et al. Research Progress on Perfuming Cigarette Filter[J]. Journal of Chinese Tobacco, 2011, 17(6): 104-109.
- [6] 何建龙.国内低焦油卷烟市场现状及发展前景[J].中国市场,2011(6):137-140.
HE Jian-long. The Status Quo and Development Prospects of Domestic Low Tar Cigarette Market[J]. Chinese Market, 2011(6): 137-140.
- [7] 马宇平.茶叶香味成分、茶多酚提取及在新型卷烟滤棒中的应用研究[D].西安:西北农林科技大学,2006:1-81.
MA Yu-ping. Study on Extraction of Tea Flavor Components, Tea Polyphenols and Their Application in New Type Cigarette Filter Sticks[D]. Xi'an: Northwest Agriculture and Forestry University, 2006: 1-81.
- [8] 刘秀彩,蓝洪桥,林艳,等.薄荷类爆珠卷烟中薄荷醇的分布与转移[J].中国烟草学报,2020,26(6):25-31.

- LIU Xiu-cai, LAN Hong-qiao, LIN Yan, et al. Distribution and Transfer Of Menthol in Menthol Cigarettes[J]. Journal of Chinese Tobacco, 2020, 26(6): 25-31.
- [9] 郭华诚, 朱远洋, 赵琪, 等. 薄荷型香线滤棒特征成分及其在卷烟中的转移行为[J]. 烟草科技, 2019, 52(10): 62-67.
- GUO Hua-cheng, ZHU Yuan-yang, ZHAO Qi, et al. Characteristic Components of Peppermint Aroma Filter Sticks and Their Transfer Behavior in Cigarettes[J]. Tobacco Technology, 2019, 52(10): 62-67.
- [10] 张杰, 宗永立, 周会舜, 等. 一些醛酮类香料在卷烟烟丝和滤嘴中的转移行为[J]. 烟草科技, 2011(7): 60-63.
- ZHANG Jie, ZONG Yong-li, ZHOU Hui-shun, et al. The Transfer Behavior of Some Aldehydes And Ketone Flavors In Tobacco Shreds And Filters[J]. Tobacco Technology, 2011(7): 60-63.
- [11] 刘强, 侯春, 李海涛, 等. 低焦油卷烟加香后一些醛酮类香料转移行为[J]. 中国烟草学报, 2008(3): 1-7.
- LIU Qiang, HOU Chun, LI Hai-tao, et al. Transfer Behavior of Some Aldehydes and Ketones Flavors in Low-Tar Cigarettes after Flavoring[J]. Journal of Chinese Tobacco, 2008(3): 1-7.
- [12] 刘春波, 陆舍铭, 刘正聪, 等. 采用 P&T-GC 和 HS-GC 检测卷烟包装材料中的挥发性有机物[J]. 中国造纸, 2009, 28(8): 16-20.
- LIU Chun-bo, LU She-ming, LIU Zheng-chong, et al. Using P&T-GC and HS-GC to Detect Volatile Organic Compounds in Cigarette Packaging Materials[J]. China Paper, 2009, 28(8): 16-20.
- [13] 刘嘉莉, 文建辉, 虞苏行, 等. HS-SPME-GC/MS 法测定主流烟气中 8 种香味成分的逐口释放量[J]. 烟草科技, 2016, 49(1): 31-37.
- LIU Jia-li, WEN Jian-hui, TUO Su-xing, et al. HS-SPME-GC/MS Method to Determine the Mouth-by-Mouth Release of 8 Flavor Components in Mainstream Smoke[J]. Tobacco Technology, 2016, 49(1): 31-37.
- [14] 吴秉宇, 费婷, 罗辰, 等. 细支卷烟不同加香方式香味成分的转移行为[J]. 烟草科技, 2021, 54(1): 24-31.
- WU Bing-yu, FEI Ting, LUO Chen, et al. Transfer Behavior of Aroma Components in Thin Cigarettes with Different Flavoring Methods[J]. Tobacco Technology, 2021, 54(1): 24-31.
- [15] NIE Xin-ming, CHEN Zheng-yi, TIAN Ya-ping, et al. Rapid Detection of Trace Formaldehyde in Food Based on Surface-Enhanced Raman Scattering Coupled with Assembled Purge Trap[J]. Food Chemistry, 2021(340): 31-37.
- [16] FREDER A, SALES C, BARREDA M, et al. Quantification of Prominent Volatile Compounds Responsible for Muskmelon and Watermelon Aroma by Purge and Trap Extraction Followed by Gas Chromatography-Mass Spectrometry Determination[J]. Food Chemistry, 2016(190): 54-59.
- [17] 李树谦, 王俊萍. 吹扫捕集气质联用测定水中挥发性有机物监测方法研究[J]. 天津化工, 2020, 34(5): 44-47.
- LI Shu-qian, WANG Jun-ping. Research on Monitoring Method of Purge and Trap GC-MS For the Determination of Volatile Organic Compounds in Water[J]. Tianjin Chemical Industry, 2020, 34(5): 44-47.
- [18] 董学畅, 刘春波, 刘志华, 等. 动态顶空技术及其在天然产物分析中的应用[J]. 云南化工, 2010, 37(1): 15-18.
- DONG Xue-chang, LIU Chun-bo, LIU Zhi-hua, et al. Dynamic Headspace Technology and its Application in the Analysis of Natural Products[J]. Yunnan Chemical Industry, 2010, 37(1): 15-18.
- [19] 张丽, 刘绍锋, 王晓瑜, 等. 吹扫捕集-气相色谱/质谱法分析卷烟烟丝的嗅香成分[J]. 烟草科技, 2013(4): 63-70.
- ZHANG Li, LIU Shao-feng, WANG Xiao-yu, et al. Purge and Trap-Gas Chromatography/Mass Spectrometry Analysis of Cigarette Tobacco Flavor Components[J]. Tobacco Technology, 2013(4): 63-70.
- [20] 阎瑾, 鲍峰伟, 牛丽娜, 等. 吹扫捕集-气相色谱/质谱测定烟支挥发性成分[J]. 烟草科技, 2020, 53(4): 50-58.
- YAN Jin, BAO Feng-wei, NIU Li-na, et al. Determination of Volatile Components in Cigarettes by Purge and Trap-Gas Chromatography/Mass Spectrometry[J]. Tobacco Technology, 2020, 53(4): 50-58.
- [21] 刘春波, 陆舍铭, 李希强, 等. 吹扫捕集-GC 法检测卷烟包装材料中挥发性有机化合物[J]. 烟草科技, 2009(2): 42-45.
- LIU Chun-bo, LU She-ming, LI Xi-qiang, et al. Purge and Trap-GC Method for Detection of Volatile Organic Compounds in Cigarette Packaging Materials[J]. Tobacco Technology, 2009(2): 42-45.
- [22] 柯颖芬, 冯建跃, 陈关喜, 等. 吹扫捕集气相色谱法测定卷烟包装卡纸中苯系物残留[J]. 理化检验(化学分册), 2006(7): 503-509.
- KE Ying-fen, FENG Jian-yue, CHEN Guan-xi, et al. Purge and Trap Gas Chromatography for the Determination of Benzene Residues in Cigarette Packaging Paper[J]. Physical and Chemical Inspection (Chemical Section), 2006(7): 503-509.
- [23] 胡丽雅. 吹扫捕集气质联用分析土壤或沉积物中六氯乙烷的方法: 中国, 110426482A[P]. 2019-11-08.
- HU Li-ya. Method for Analyzing Hexachloroethane in Soil or Sediment by Purge and Capture Gas Mass Spectrometry: China, 110426482A[P]. 2019-11-08.

- [24] BARİŞ G, OLTAN C. Applicability of Purge and Trap Gas Chromatography-Mass Spectrometry Method for Sensitive Analytical Detection of Naphthalene and its Derivatives in Waters[J]. *Journal of Mass Spectrometry: JMS*, 2020, 55(12): 12-18.
- [25] 朱仁庆, 周翠, 王杰, 等. 吹扫捕集/气相色谱-质谱法检测水中 1,2-二溴乙烯[J]. *净水技术*, 2020, 39(3): 36-38.
ZHU Ren-qing, ZHOU Cui, WANG Jie, et al. Detection of 1,2-Dibromoethylene in Water by Purge and Trap/Gas Chromatography-Mass Spectrometry[J]. *Water Purification Technology*, 2020, 39(3): 36-38.
- [26] 中国烟草标准化研究中心, 全国烟草质量监督检验中心. 常规分析用吸烟机 定义和标准条件[M]. 北京: 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局; 中国国家标准化管理委员会. 2004: 24-26.
China Tobacco Standardization Research Center, National Tobacco Quality Supervision and Inspection Center. Definition and Standard Conditions of Smoking Machines for Routine Analysis[M]. Beijing: General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China; National Standardization Administration of China. 2004: 24-26.
- [27] 李星, 于汝峰, 程书锋, 等. 一种坚果风味卷烟中线胶香精及其制备方法和应用: 中国, 106381225.A[P]. 2017-02-08.
LI Xing, YU Ru-feng, CHENG Shu-feng, et al. One Kind of Nutty Flavor Cigarette Essence Gum Line and Preparation Method and Application: China, 106381225.A[P]. 2017-02-08.
- [28] 魏鹏程, 赵铭钦, 刘鹏飞. 脐橙果皮挥发油成分分析及在卷烟中的加香应用[J]. *天然产物研究与开发*, 2012, 24(10): 1424-1428.
WEI Peng-cheng, ZHAO Ming-qin, LIU Peng-fei, et al. Analysis of Volatile Oil from Navel Orange Peel and Its Application in Cigarette Flavoring[J]. *Natural Product Research and Development*, 2012, 24(10): 1424-1428.
- [29] 朱小红, 潘红, 马二琴, 等. 吸附剂 Tenax-TA 和活性炭对空气中苯的吸附性能比较[J]. *化学建材*, 2006(5): 12-13.
ZHU Xiao-hong, PAN Hong, MA Er-qin, et al. Comparison of the Adsorption Performance of Adsorbent Tenax-TA and Activated Carbon for Benzene in the Air[J]. *Chemical Building Materials*, 2006(5): 12-13.
- [30] 雷春妮, 王波, 解迎双, 等. 吹扫捕集-气相色谱/质谱联用分析玫瑰花水香气成分[J]. *食品工业科技*, 2020, 41(2): 201-206.
LEI Chun-ni, WANG Bo, XIE Ying-shuang, et al. Analysis of Aroma Components in Rose Water by Purge and Trap-Gas Chromatography/Mass Spectrometry[J]. *Food Industry Technology*, 2020, 41(2): 201-206.