

基于 P&T-GC/MS 指纹图谱评价丝束加香滤棒质量的稳定性

倪和朋¹, 张震¹, 张玓婕², 王晓斌¹, 杨泽恩², 马俊¹, 邹琦¹

(1.红塔烟草(集团)有限公司玉溪卷烟厂, 云南 玉溪 653100; 2.郑州轻工业大学 食品与生物工程学院, 郑州 450001)

摘要: **目的** 形成丝束加香滤棒质量稳定性的评价体系。**方法** 实验采用吹扫捕集-气相色谱-质谱技术(Purge&Trap-Gas Chromatography-Mass Spectrometry, P&T-GC-MS)结合“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”对丝束加香滤棒中特征香味成分进行分析,以建立 P&T-GC-MS 指纹图谱,并利用欧氏距离法计算其相似度,以及聚类分析法评价不同批次间样品的差异性。**结果** 相同浓度、不同批次丝束加香滤棒的相似度均高于 0.920,表明批次间、批次内样品的质量稳定性较好;各特征香味成分峰面积、保留时间的 RSD 值均小于 1.70%,表明该方法具有良好的精密度、稳定性和重现性;所建的丝束加香滤棒标准指纹图谱与聚类分析结果一致,可将不同浓度的丝束加香滤棒进行有效甄别。**结论** 该方法可为评价丝束加香滤棒的质量稳定性提供参考依据。

关键词: 丝束加香滤棒; 香味成分; 吹扫捕集; 气相色谱-质谱法; 指纹图谱; 相似度

中图分类号: TS426 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2022)07-0262-07

DOI: 10.19554/j.cnki.1001-3563.2022.07.034

Evaluation of Quality Stability of Tow-flavored Filter Rods Based on P&T-GC/MS Fingerprints

NI He-peng¹, ZHANG Zhen¹, ZHANG Ding-jie², WANG Xiao-bin¹, YANG Ze-en², MA Jun¹, ZOU Qi¹

(1.Yuxi Cigarette Factory, Hongta Tobacco (Group) Co., Ltd., Yunnan Yuxi 653100, China; 2.School of Food and Bioengineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China)

ABSTRACT: The work aims to form an evaluation system for the quality stability of tow-flavored filter rods. In the experiment, purge & trap-gas chromatography-mass spectrometry (P&T-GC-MS) combined with "similarity evaluation system of traditional Chinese medicine chromatographic fingerprint" was used to analyze the characteristic flavor components in the tow-flavored filter rods to establish the P&T-GC-MS fingerprint. Then, the similarity was calculated by Euclidean distance method, and the difference in various batches of samples was evaluated by cluster analysis. The similarity of different batches of tow-flavored filter rods with the same concentration was higher than 0.920 and the quality stability of samples between and in batches was better. The RSD of the peak area and retention time of each characteristic flavor component was lower than 1.70%, indicating that the method had good precision, stability and reproducibility. The established standard fingerprints of the tow-flavored filter rods were consistent with the cluster analysis results, and could effectively identify different concentrations of tow-flavored filter rods. This method can provide a reference for evaluating the quality stability of tow-flavored filter rods.

KEY WORDS: tow-flavored filter rods; flavor components; purge and trap; gas chromatography-mass spectrometry; fingerprints; similarity

收稿日期: 2021-07-06

基金项目: 云南中烟工业有限责任公司科技项目(2020CL03)

作者简介: 倪和朋(1984—),男,助理工程师,主要研究方向为卷烟辅料研究。

通信作者: 王晓斌(1988—),男,硕士,助理工程师,主要研究方向为卷烟辅料研究。

烟草行业内对丝束加香卷烟的研究逐年增加, 主要为丝束加香滤棒的加香方法、装置以及加工工艺等方面的研究^[1-6], 而对丝束加香滤棒的质量稳定性缺乏系统的研究, 难以准确评估加香滤棒对卷烟加工和产品质量带来的风险, 如产品的加香组成和含量的差异性均可能导致产品质量稳定性变差, 从而影响丝束加香卷烟的质量稳定性, 因此, 建立丝束加香滤棒质量稳定性的评价方法十分重要。

因丝束加香滤棒中香精香料的加香量过低^[7], 采用常规的前处理方法^[8-10]无法达到气相色谱-质谱的检出限。吹扫捕集法是一种动态顶空技术, 该方法的检出限较其他常规前处理方法低 10~1 000 倍^[11-12], 具有富集相率高、样品用量少、简单、快捷等优点^[13-15], 与气相色谱-质谱技术联用, 可用于检测分析样品中的痕量物质^[16-17]。指纹图谱技术, 强调同一样品在相同的条件下个体之间的相似性, 以期综合反映各物质成分含量的稳定性和均一性^[18-21], 近年来被广泛应用于中药、茶叶、白酒的质量稳定性控制中^[22-23]。气质联用技术指纹图谱具有灵敏度更高、准确度更高和重现性好等优点^[24], 因此该实验通过建立滤棒中特征香味成分指纹图谱结合聚类分析来评价不同批次的丝束加香滤棒的相似性, 从而为评价丝束加香滤棒的质量稳定性提供理论依据。

1 实验

主要材料: 品牌 Y 丝束加香滤棒 (表 1) 和空白滤棒, 由云南中烟工业有限责任公司提供; 无水乙醇和甲醇, 色谱级, 迪马科技有限公司; 超纯水。

主要仪器: 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。

表 1 6 个批次品牌 Y 丝束加香滤棒样品信息
Tab.1 Sample information of 6 batches of brand Y tow-flavored filter rods

样品编号	不同批次	滤棒加香比例 ^① /%
A1	I	0.50
A2	II	0.50
A3	III	0.50
A4	IV	0.50
A5	V ^②	0.25
A6		0.50
A7		0.75
A8		1.00
A9	VI	0.50

注: ①滤棒加香比例为 0.50% 时为样品实际生产加香比例; ②批次 V 共有 4 个不同加香浓度的样品。

2 方法

2.1 样品的制备

各称取 0.15 g 丝束加香滤棒和空白滤棒, 剪碎后分别置于 40 mL 吹扫捕集瓶中, 加入 10 mL 超纯水和一粒磁力转子, 待上样分析, 每个样品制备 6 个平行试样。

2.2 样品的采集

将放有样品、磁力转子、10 mL 超纯水的吹扫捕集瓶用带有聚四氟乙烯隔垫的瓶盖拧紧; 随着吹扫捕集仪机械臂的带动, 将其置于温度为 75 ℃ 的样品杯中, 样品针穿刺瓶垫, 不断通入 40 mL/min 的惰性气体 (N₂) 对样品瓶中的样品进行吹扫, 在加热并伴有磁力搅拌的条件下吹扫 11 min; 吹扫完毕后, 将绝大部分甚至几乎全部挥发性有机物带入捕集管中, 经热脱附分析后, 进行 GC-MS 分析。

2.3 吹扫捕集分析条件

参考文献[25]的吹扫捕集分析条件。

2.4 气相色谱-质谱分析条件

参考文献[25]的 GC-MS 分析条件测定加香滤棒中的挥发性成分。

3 结论与分析

3.1 吹扫捕集条件的优化

3.1.1 捕集阱型号的选择

捕集阱是影响目标组分捕集效率的核心因素之一, 目标组分的捕集效果受不同型号的捕集阱填料影响, 通对比不同填料的 10[#] (Tenax/硅胶/碳分子筛) 与 11[#] (VOCARB3000) 捕集阱的捕集效率, 明确适用于捕集丝束加香滤棒中香味成分的捕集阱。结果表明, 10[#]捕集阱对香味成分捕集效率较高, 这可能是由于相较于厌水性的 11[#]捕集阱, 10[#]捕集阱中的填料为聚 2,6-二苯基对苯醚, 其对挥发性、半挥发性的香味成分有较高的吸附性和灵敏度。

3.1.2 样品量的选择

当检测样品的质量浓度大于 200 μg/mL 时, 会造成吹扫捕集仪的管路的污染, 进而影响实验结果, 但当样品量较少时, 某些香味成分达不到仪器的检出限, 因此需考察不同样品量 (0.05、0.10、0.15、0.20、0.25 g) 对吹扫捕集效率的影响, 结果见图 1。由图 1 可知, 丝束加香滤棒香味成分的总峰面积随着样品量的增加呈先上升后趋于平稳的趋势, 当样品量为 0.15 g 时, 香味成分总峰面积达最大, 因此确定最佳样品量为 0.15 g。

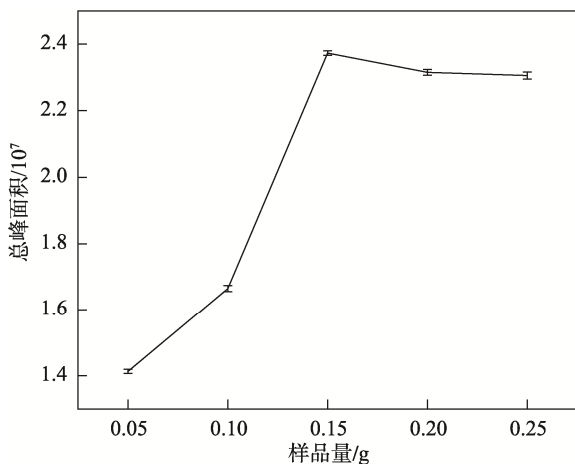


图1 样品量对香气成分捕集效率的影响
Fig.1 Effect of sample size on the trapping efficiency of flavor components

3.1.3 萃取液体积的选择

纯净水的添加量会影响样品瓶中气相和液相的体积比,影响香味成分在两相的分配比^[26],进而影响挥发性香味成分的捕集效率,因此考察不同萃取液体积(6、8、10、12、14 mL)对吹扫效率的影响,结果见图2。由图2可知,当萃取液体积为10 mL时,香气成分总峰面积达到最大,因此确定最佳萃取液的体积为10 mL。

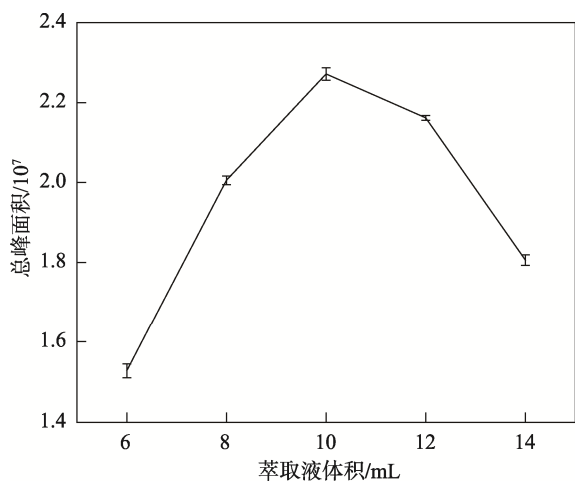


图2 萃取液体积对香气成分捕集效率的影响
Fig.2 Effect of extract volume on the trapping efficiency of flavor components

3.1.4 吹扫温度的选择

产品手册明确给出样品的推荐的吹扫时间为11 min、吹扫流量为40 min/mL,而吹扫温度的选择未给出明确指示,因此考察不同吹扫温度(40、50、60、70、80 °C)对捕集效率的影响,结果见图3。由图3可知,香气成分的总峰面积随吹扫温度的增加呈先增大后减小,当吹扫温度为70 °C时,香气成分的

总峰面积达到最大,因此确定最佳吹扫温度为70 °C。

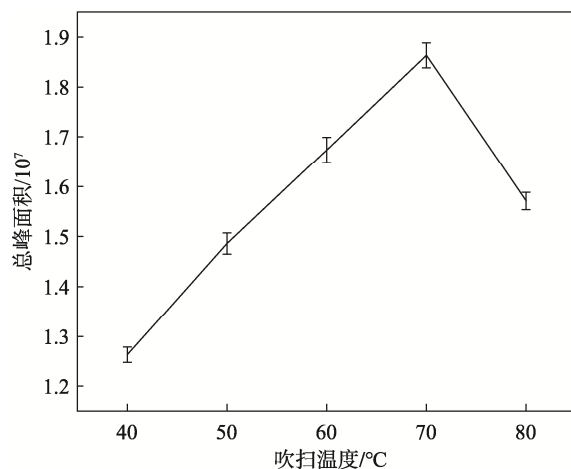


图3 不同吹扫温度对香气成分捕集效率的影响
Fig.3 Effect of different purging temperature on the trapping efficiency of flavor components

3.2 指纹图谱的建立

3.2.1 指纹图谱方法学考察

1) 精密度实验。取相同浓度,批次V丝束加香滤棒样品,按2.1节优化后的实验方法、2.4节的色谱条件连续进样6次,记录色谱峰,以薄荷醇为参照峰(S),计算各共有峰相对保留时间的相对标准偏差(RSD),其RSD值 ≤ 0.08 、相对峰面积的RSD值 ≤ 0.24 ,表明该方法精密度较好。

2) 重现性实验。取6份相同浓度、同一批次(V)丝束加香滤棒样品,按2.1节优化后的实验方法、2.4节的色谱条件记录色谱峰,以薄荷醇为参照峰(S),计算得各共有峰的相对保留时间的RSD值 ≤ 0.18 、相对峰面积的RSD值 ≤ 1.70 ,表明该方法重复性良好。

3) 稳定性实验。取相同浓度、同一批次(V)丝束加香滤棒样品,按2.1节优化后的实验方法、2.4节的色谱条件,在0、2、4、8、12、24 h进样1次,记录色谱峰,以薄荷醇为参照峰(S),计算得各共有峰的相对保留时间的RSD值 ≤ 0.24 、相对峰面积的RSD值 ≤ 2.93 ,表明该样品在24 h内稳定性良好。

3.2.2 参照峰的选择

取批次V,加香比例为0.5%的丝束加香滤棒样品(A6),按2.1节样品的制备方法、2.4节的色谱条件进行测定,得到色谱图(图4)。通过NIST14标准谱库对其进行检索,共分析出15个色谱峰,以分离度较好、峰面积较大、性质较稳定的14号峰为参照峰(S)。

3.2.3 共有峰的确证及标定

取相同浓度、不同批次的丝束加香滤棒(I—VI),按2.1节的制备方法、2.4节的色谱条件进行测

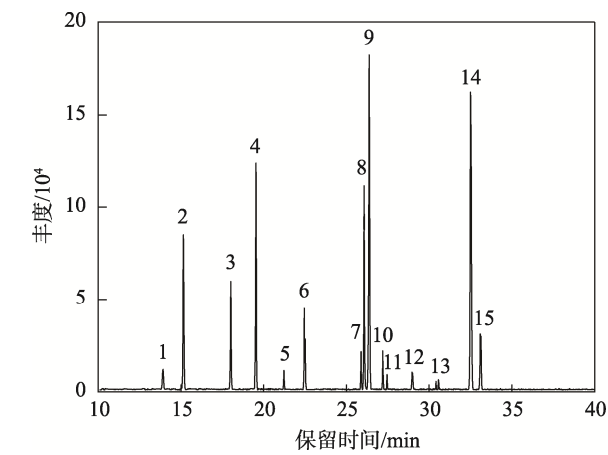


图 4 丝束加香滤棒的总离子流图
Fig.4 Total ion current diagram of tow-flavored filter rods

定, 得到 6 个不同批次色谱图的叠加图, 见图 5。通过对比 6 个批次各色谱峰的保留时间以及峰面积大小, 共确定 8 个共有峰, 标号为 2、3、4、6、8、9、14、15。计算共有峰占总峰面积的百分比, 结果显示, 8 个共有峰占比为 91.63%, 可以体现各批次样品的特征性, 见表 2。

3.2.4 批次内、批次间丝束加香卷烟滤棒的相似度分析

通过研究批次内、批次间丝束加香滤棒的中特征香味成分的相似性, 以明确不同批次丝束加香滤棒的稳定性。取相同浓度, 相同批次样品 (批次 V, $n=6$)、不同批次 (I—VI) 样品, 分别进行 P&T-GC-MS 分析, 所得图谱分别导入“中药指纹图谱相似度评价系统”(中华人民共和国药典 2012 版) 进行相似度分析, 设定时间窗为 0.10 s, 采用平均数法, 经多点校正、全谱峰匹配后生成批次内标准对照指纹图谱 (R1)、批次间对照指纹图谱 (R2), 将批次内样品色谱图与 R1 指纹图谱叠加, 批次间样品与 R2 指纹图谱叠加, 见图 5—6。

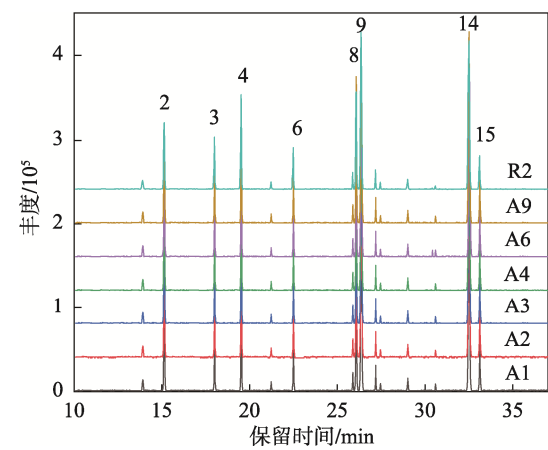


图 5 批次间丝束加香滤棒的指纹图谱叠加 ($n=6$)
Fig.5 Overlay of fingerprints of inter-batch tow-flavored filter rods ($n=6$)

3.2.4.1 批次内丝束加香卷烟滤棒的相似度分析

将相同浓度, 批次内 (批次 V, $n=6$) 样品图谱与对照指纹图谱 (R1) 进行相似度评价, 结果见表 3。相同浓度下, 6 个批次内样品的指纹图谱相似度为 0.964~0.991, 也即是相同加香比例、相同批次间丝束加香滤棒样品间整体较相似, 差异性较小, 表明批次内丝束加香滤棒质量性较好, 为滤棒实际生产质量稳定性评价提供理论依据。

将不同浓度, 相同批次样品 (A5—A8) 的色谱图与标准对照指纹图谱 (R1) 进行相似度评价, 结果见表 4。由表 4 可知, R1 与相同批次样品 (A5—A8) 的相似度为 0.429~0.954, 其中加香比例为 1% 的样品其相似度最低, 为 0.429, 而标准指纹图谱是以标准加香量为依据建立的, 表明当待检测样品浓度与标准加香量样品浓度相差越大时, 其与标准指纹图谱的差异性越大, 因此可以通过建立标准指纹图谱对不同加香浓度的样品进行有效评价与甄别, 也即是该方法可对实际生产中未达到标准生产浓度的样品进行有

表 2 丝束加香滤棒中的 8 种特征挥发性香味成分
Tab.2 Eight characteristic volatile flavor components in tow-flavored filter rods

序号	保留时间/min	匹配度	中文名称	相对保留时间的 RSD 值/%	相对峰面积的 RSD 值/%	相对百分含量/%
1	16.10	83	乙酸丁酯	0.19	1.06	9.46
2	18.15	90	2-甲基丁酸乙酯	0.11	0.99	6.51
3	19.67	92	乙酸异戊酯	0.10	1.21	11.87
4	22.64	90	蒎烯	0.10	0.62	6.09
5	26.17	86	乙酸叶醇酯	0.03	1.71	14.63
6	26.45	92	乙酸己酯	0.03	1.12	17.14
7	32.63	94	薄荷酮	0.02	0.59	19.60
8	33.20	89	安息香酸乙酯	0.01	0.36	5.64

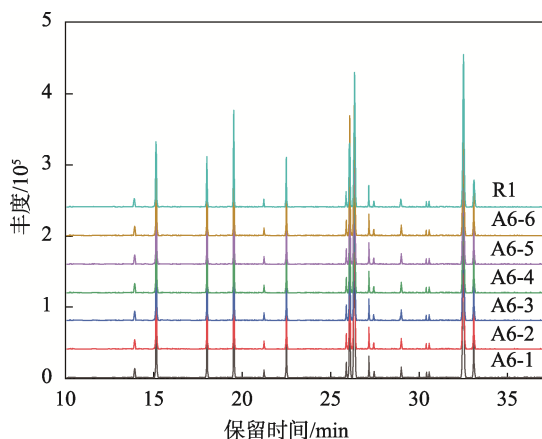
图 6 批次内丝束加香滤棒的指纹图谱叠加图 ($n=6$)Fig.6 Overlay of fingerprints of tow-flavored filter rods in batches ($n=6$)

表 3 批次内丝束加香卷烟滤棒的相似度分析
Tab.3 Similarity analysis of tow-flavored cigarette filter rods in batches

样品名称	A6-1	A6-2	A6-3	A6-4	A6-5	A6-6
R1	0.964	0.983	0.988	0.989	0.988	0.991

表 4 批次内不同浓度丝束加香滤棒的相似度分析
Tab.4 Similarity analysis of different concentrations of tow-flavored filter rods in batches

样品名称	A5	A6	A7	A8
R1	0.704	0.954	0.798	0.429

效辨别, 将其与合格样品进行区分, 保证了批次间样品整体的稳定性。

3.2.4.2 批次间丝束加香卷烟滤棒的相似度分析

将相同浓度, 不同批次间的样品色谱图与对照指纹图谱 (R2) 进行相似度评价, 结果见表 5, 其相似度为 0.879~0.981。仅样品 A1 与标准指纹图谱 (R2) 的相似度低于 0.900, 可能是因为批次 I 样品的生产时间与其他批次相差较大所致, 其余不同批次样品的相似度均大于 0.920, 表明, 不同批次间样品具有较好的稳定性。

表 5 批次间丝束加香滤棒的相似度分析
Tab.5 Similarity analysis of tow-flavored filter rods among batches

样品名称	A1	A2	A3	A4	A5	A6
R2	0.879	0.98	0.981	0.957	0.956	0.956

3.2.5 系统聚类分析

将 6 批丝束加香滤棒指纹图谱的峰面积导入

SPSS25.0 软件, 以峰面积为变量, 采用组间联接系统聚类法, 以欧式距离 (Euclidean-distance) 为度量标准进行聚类分析, 输出系统聚类树状图, 见图 4, 结果可作为样品相似度的测度^[27]。由图 7 可知, 当距离为 2.5 时, 6 批样品可分为 4 类, 其中 A1—A10、A14 为 I 类, A11 为 II 类, A12 为 III 类, A13 为 IV 类。结果表明, 相同加香比例、不同批次 (批次间、批次内) 的丝束加香滤棒可聚为一类, 不同滤棒加香比例的丝束加香滤棒差异性较大, 因此指纹图谱结合聚类分析法可对不同滤棒加香浓度的样品进行有效区分, 为其产品质量评价与甄别提供了试验依据。

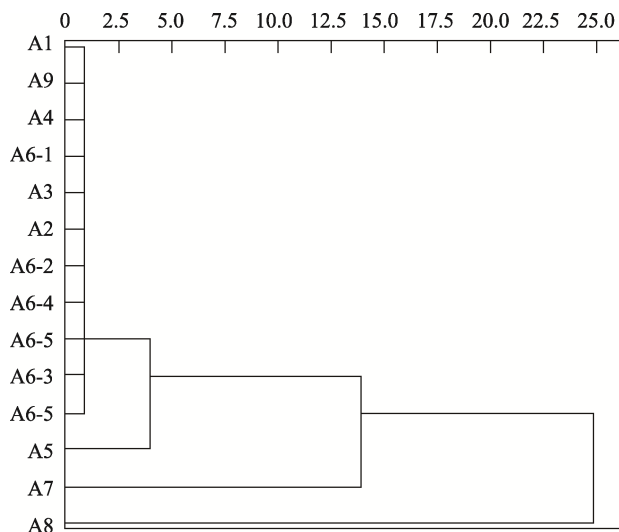


图 7 6 个批次丝束加香滤棒样品的聚类分析树状图
Fig.7 Cluster analysis dendrogram of 6 batches of tow-flavored filter rod samples

4 结语

实验通过 P&T-GC-MS 法建立了丝束加香滤棒不同批次 (批次间、批次内) 以及不同加香水平样品的指纹图谱, 并采用欧氏距离法计算其相似度以及聚类分析法进一步评价其差异性, 结果表明: 选择 10[#]捕集阱的条件下, 样品量为 0.15 g、萃取液体积为 10 mL、吹扫温度为 70 °C 是吹扫捕集最优的前处理条件; 相同浓度, 不同批次 (批次内、批次间) 的丝束加香卷烟滤棒的相似度较高, 均在 0.920 以上, 批次间、批次内样品的滤棒质量性较好; 相同批次, 不同浓度的样品的相似度为 0.429~0.954, 所建立的标准指纹图谱可对不同加香浓度的样品进行有效评价与甄别; P&T-GC-MS 指纹图谱结合聚类分析法能够更全面的评价丝束加香滤棒的质量稳定性。综上所述, 该实验所建立的 P&T-GC/MS 指纹图谱精密度高、重现性好、稳定性好, 为其产品质量控制、评价和甄别提供了理论参考和数据支撑。

参考文献:

- [1] 张永江,冯银龙,李悦,等.一种烟支丝束加香装置:CN208891713U[P].2019-05-24.
ZHANG Yong-jiang, FENG Yin-long, LI Yue, et al. The Utility Model Discloses a Cigarette Tow Perfuming Device: CN208891713U[P]. 2019-05-24.
- [2] 黄凯,郑茜,袁海霞,等.一种新型滤嘴加香装置:CN205547336U[P].2016-09-07.
HUANG Kai, ZHENG Xi, YUAN Hai-xia, et al. Novel Filter Tip Perfuming Device: CN205547336U[P]. 2016-09-07.
- [3] 何沛,向能军,王昆森,等.一种可选择加香的旋转式卷烟滤嘴:中国,105192887B[P].2019-01-08.
HE Pei, XIANG Neng-jun, WANG Kun-miao, et al. Rotary Cigarette Filter with Optional Flavoring: China, 105192887B[P]. 2019-01-08.
- [4] 许拥权,陈坤靖,陈后志,等.一种滤棒加香方法及喷洒系统:中国,107319634A[P].2017-11-07.
XU Yong-quan, CHEN Kun-jing, CHEN Hou-zhi, et al. Method for Perfuming Filter Rod and Spray System: China, 107319634A[P]. 2017-11-07.
- [5] 潘曦,刘华臣,刘冰,等.一种加香型新型加热不燃烧卷烟及其制备方法:中国,109793274A[P].2019-05-24.
PAN Xi, LIU Hua-chen, LIU Bing, et al. Novel Fragrant Heat-Not-Burn Cigarette and Preparation Method Thereof: China, 109793274A[P]. 2019-05-24.
- [6] 曾晓鹰,周国富,朱保昆,等.一种红茶三醋酸甘油酯提取物及其在卷烟中的应用:中国,105029696A[P].2018-09-11.
ZENG Xiao-ying, ZHOU Guo-fu, ZHU Bao-kun, et al. Black Tea Glycerol Triacetate Extract and Application Thereof in Cigarettes: China, 105029696A[P]. 2018-09-11.
- [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].咸阳:西北农林科技大学,2006:1-81.
MA Yu-ping. Studies on the Extraction of Tea Flavor Substances, Polyphenol and Prducts Application in the New Type Cigarette Filter[D]. Xianyang: Northwest A & F 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 Mentholated Cigarette with Breakable Capsule in Filter[J]. Acta Tabacaria Sinica, 2020, 26(6): 25-31.
- [9] 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,2011,44(7):60-63.
ZHANG Jie, ZONG Yong-li, ZHOU Hui-shun, et al. Transfer Behavior of Some Carbonyl Flavors in Filter and Tobacco Rod of Cigarette[J]. Tobacco Science & Technology, 2011, 44(7): 60-63.
- [10] 刘嘉莉,文建辉,庾苏行,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. Puff-by-Puff Release of 8 Aroma Compounds in Mainstream Cigarette Smoke as Determined by HS-SPME-GC/MS[J]. Tobacco Science & Technology, 2016, 49(1): 31-37.
- [11] 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. The Applications of Purge and Trap Technique in Natural Product Analysis[J]. Yunnan Chemical Technology, 2010, 37(1): 15-18.
- [12] 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. Study on Monitoring Method for Determination of Volatile Organic Compounds in Water by Purge and Trap GC-MS[J]. Tianjin Chemical Industry, 2020, 34(5): 44-47.
- [13] 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: 127930.
- [14] FREDES 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: 689-700.
- [15] 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,2013,46(4):63-70.
ZHANG Li, LIU Shao-feng, WANG Xiao-yu, et al. Analysis of Olfactory Aroma Components in Cut Tobacco with Purge and Trap-Gas Chromatography-Mass Spectrometry[J]. Tobacco Science & Technology, 2013, 46(4): 63-70.
- [16] 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 Cigarette with Purge and Trap-Gas Chromatography-Mass Spectrometry[J]. Tobacco Science & Technology, 2020, 53(4): 50-58.
- [17] 钟荣荣,李默影,肖苏萍,等.不同产地黄芪药材和饮片的HPLC-DAD-ELSD指纹图谱分析[J].中国现代中药,2021,23(4):632-637.
ZHONG Rong-rong, LI Mo-ying, XIAO Su-ping, et al. HPLC-DAD-ELSD Fingerprint Analysis of Astragali

- Radix Medicinal Materials and Decoction Pieces from Different Places[J]. Modern Chinese Medicine, 2021, 23(4): 632-637.
- [18] 吕晓娜, 李梦, 李红霞, 等. 中药龟甲 HPLC 指纹图谱研究[J]. 世界中医药, 2019, 14(2): 311-314.
LYU Xiao-na, LI Meng, LI Hong-xia, et al. HPLC Fingerprint of Carapax et Plastrum Testudinis[J]. World Chinese Medicine, 2019, 14(2): 311-314.
- [19] 魏伟, 侯建忠, 朱顺娟, 等. 基于指纹图谱的四神丸多成分质量控制研究[J]. 中国中医药信息杂志, 2021, 28(10): 105-110.
WEI Wei, HOU Jian-zhong, ZHU Shun-juan, et al. Study on Quality Control of Multi-Components in Si-shen Pills Based on Fingerprints[J]. Chinese Journal of Information on Traditional Chinese Medicine, 2021, 28(10): 105-110.
- [20] 何媛, 彭军仓, 吕娟, 等. GC/MS 指纹图谱及系统聚类分析用于烟用爆珠内含物的测定[J]. 烟草科技, 2018, 51(7): 54-60.
HE Yuan, PENG Jun-cang, LYU Juan, et al. GC/MS Fingerprinting with Hierarchical Cluster Analysis to Determine Components in Breakable Capsules in Cigarette Filter[J]. Tobacco Science & Technology, 2018, 51(7): 54-60.
- [21] 吕海鹏, 杨婷, 朱荫, 等. 西湖龙井茶 HS-SPME/GC-MS 香气指纹图谱研究[J]. 现代食品科技, 2015, 31(11): 339-347.
LYU Hai-peng, YANG Ting, ZHU Yin, et al. Analysis of Aroma Fingerprint of Xihu Longjing Tea Using HS-SPME/GC-MS[J]. Modern Food Science and Technology, 2015, 31(11): 339-347.
- [22] 马龙利, 张情亚, 余德顺, 等. HS-SPME 结合 GC-MS 法建立金沙窖酒指纹图谱[J]. 中国酿造, 2016, 35(7): 50-54.
MA Long-li, ZHANG Qing-ya, YU De-shun, et al. Establishment of Fingerprint of Jinsha Baijiu by HS-SPME Combined with GC-MS[J]. China Brewing, 2016, 35(7): 50-54.
- [23] 胡灵. 玉环柚柚皮中黄酮类化合物提取、分离及指纹图谱的研究[D]. 杭州: 浙江工业大学, 2011: 1-103.
HU Ling. The Study of Extraction, Isolation, Fingerprints of Flavonoids from Citrus Maxima (BURM.) Merr. CV. Wentan[D]. Hangzhou: Zhejiang University of Technology, 2011: 1-103.
- [24] 张明霞, 赵旭娜, 杨天佑, 等. 顶空固相微萃取分析白酒香气物质的条件优化[J]. 食品科学, 2011, 32(12): 49-53.
ZHANG Ming-xia, ZHAO Xu-na, YANG Tian-you, et al. Optimization of Headspace Solid Phase Microextraction Conditions for GC-MS Analysis of Aromatic Constituents in White Liquor[J]. Food Science, 2011, 32(12): 49-53.
- [25] 宁振兴, 张珂婕, 杨龙彦, 等. P&T-GC-MS 法测定丝束加香滤棒中特征成分及其转移行为[J]. 包装工程, 2022, 43(1): 158-166.
NING Zhen-xing, ZHANG Ding-jie, YANG Long-yan, et al. Determination of Characteristic Components in Tow Flavored Filter Sticks by P & T-GC-MS and Their Transfer Behavior[J]. Packaging Engineering, 2022, 43(1): 158-166.
- [26] 杜灵均, 杜婧艳, 王建舫, 等. 16 个产地北苍术苍术素含量测定及 HPLC 指纹图谱的建立[J]. 农业科学, 2021(7): 630-643.
DU Ling-jun, DU Jing-yan, WANG Jian-fang, et al. Determination of Atractylin in Atractylodes Lancea from 16 Producing Areas and Establishment of HPLC Fingerprint[J]. Hans Journal of Agricultural Sciences, 2021(7): 630-643.
- [27] 卢纹岱. SPSS for Windows 统计分析[M]. 北京: 电子工业出版社, 2002: 1-592.
LU Wen-dai. SPSS Statistical Analysis[M]. Beijing: Publishing House of Electronics industry, 2002: 1-592.

责任编辑: 曾钰婵