

烟用香精的全二维气相色谱-飞行时间质谱定性分析

作者

湖北中烟工业公司技术中心,武汉 430051
.....熊国玺 王娜 司辉 朱巍 熊斌 李丹

作者简介

熊国玺,男,(1975 -) 硕士,湖北中烟工业公司技术中心工程师,主要从事卷烟配方研究。

E-mail: xionguoxi @sohu. com

摘要

针对在一维色谱上分离峰太少或色谱图中有明显重叠峰的烟用香精,采用全二维气相色谱-飞行时间质谱(GC × GC-TOFMS)对烟用香精进行了定性分析,优化分析条件,并与一维色谱分析结果进行比较。最后,比较了不同分析结果所得化学成分和品吸结果之间的对应关系。结果表明,GC × GC-TOFMS比一维气相色谱/质谱(GC/MS)具有更强的分离能力,可定性的组分明显多于一维 GC/MS,并且更符合该香精的评吸结果。这种分析方法有利于更全面地认识香精的化学成分,更准确地认识香精的组成与功能之间的关系。为增强加香配方研究的科学性、提高调香工作的效率提供有力的支持。

关键词

烟用香精 定性分析 全二维气相色谱-飞行时间质谱

Two-Dimensional Gas Chromatography-Time of Flight Mass Spectrometry Analysis of Tobacco Flavor

XIONG Guoxi WANG Na SI Hui ZHU Wei XIONG Bin LI Dan

(Technology Center of China Tobacco Hubei Industrial Corporation, Wuhan 430051, China)

Abstract For those tobacco flavors who have little peaks or obvious lapped peaks on one-dimensional gas chromatography (GC), two-dimensional gas chromatography time of flight mass spectrometry (GC × GC-TOFMS) was adopted to optimize, analyse and compare with GC analysis results. The co-relationship between taste and chemical compounds obtained by different analysis results was compared. The results showed that GC × GC-TOFMS had greater separate ability, the compounds qualified were much more than one-dimensional GC and more accordingly to taste. This analysis method can fully qualify chemical compounds in tobacco flavors, accurately realize co-relationship between compounds and functions and increase scientific nature and efficiency of flavor blending.

Key words tobacco flavors quality analysis two-dimensional gas chromatography-time of flight mass spectrometry (GC × GC-TOFMS)

烟用表香香精是一种十分复杂的挥发性化合物混合物,气相色谱(GC)作为复杂混合物的分离工具,已在挥发性化合物的分离分析中发挥了很大的作用。目前使用的大多数仪器为一维色谱(1D GC),使用一根柱子,适合于含有几十至几百种物质的样品分析。但样品更为复杂时就得不到预期的效果。因为一维色谱的峰容量不够,重叠峰不可避免^[1],这将会影响定性定量的准确性。统计重叠理论(SOT)可以预测 GC 中峰的重叠程度,根据 SOT 理论证明在 1D GC 中即使几十个组分的样品,

峰重叠仍然存在,要解决复杂样品分离中的重叠峰必须采用多维色谱方法。

全二维气相色谱(Comprehensive two-dimensional Gas Chromatography, GC × GC)是把分离机理不同而又互相独立的两支色谱柱以串联方式结合成二维气相色谱,在这两支色谱柱之间装有一个调制器,起捕集、聚焦、再传送的作用(图 1),经第一支色谱柱分离后的每一个馏分,都需先进入调制器,进行聚焦后再以脉冲方式送到第二支色谱柱作进一步的分离,所谓全二维,意义在于此。所有组分从第二支色谱柱进入检测器,信号经数据处理系

收稿日期:2008-7-7 修回日期:2008-8-9

统处理,得到以柱1保留时间为第一横坐标,柱2保留时间为第二横坐标,信号强度为纵坐标的三维色谱图或二维轮廓图。从Phillips 1991年开始GC ×

GC研究至今为止,很多实验室正在参与此技术的研究开发,由Phillips和Zoex公司合作于1999年正式实现了仪器的商品化^[3]。

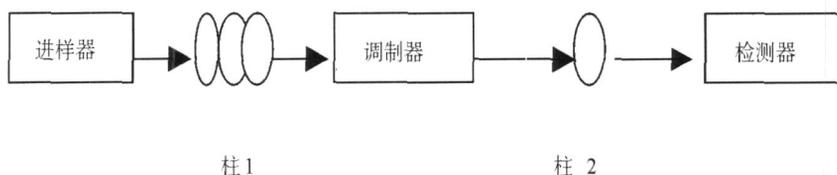


图1 全二维气相色谱色谱柱的连接

GC ×GC是气相色谱技术的一次突破性进展,在复杂体系的分离分析中占据越来越重要的地位。如:石化产品、农药、精油、香料、传统中草药等。GC ×GC中第二维分离非常快,应在调制周期内完成第二维的分离,否则前一脉冲的后流出组分可能会与后一脉冲的前面组分交叉或重叠,引起混乱。因此检测器的响应时间应非常快,采集速度至少应是100 Hz。GC ×GC主要使用FID作检测器,但可以预料,其他的气相色谱检测器如ECD等均可在GC ×GC中应用。质谱作为GC ×GC的检测器将极大地增强定性能力,但传统的四极杆质谱采集速度慢(表1),不能适应GC ×GC的出峰速度。飞行时间质谱(TOFMS)能以高速扫描(500次扫描/秒),已经和GC ×GC成功联用。

表1 不同类型质谱最大采集速度与分辨率的关系

类型	最大采集速度(谱图/秒)	最大采集速度时的分辨率
磁质谱	1	降低
四极杆质谱	5	降低
离子阱质谱	10	降低
飞行时间质谱	500	独立

在使用一维色谱对烟用香精034、097、002和096进行定性分析时发现,个别香精样品部分峰严重重叠,导致部分组分定性结果的匹配率偏低,基于GC ×GC上述优点,本文将优化GC ×GC分析参数,并在优化条件下进一步研究GC ×GC-TOFMS在烟用香精分析中的应用。最后,与一维色谱的化学成分分析结果和成分与品吸结果之间的对应关系进行比较。

1 实验部分

1.1 主要仪器

气相色谱(HP6890 plus型)/质谱(5973N型)联用仪,配有自动进样器(安捷伦科技公司,美国)。质谱检测器的主要参数:接口温度280 °C, EI离子源温度230 °C;四极杆温度150 °C;扫描范围30~550 u;电子能量70 eV;电子倍增器电压1725 V。

全二维气相色谱(HP6890型,美国安捷伦科技公司)-飞行时间质谱(美国Leco公司);冷喷调制器KT2001(美国Zoex公司)。柱系统:柱系统1:第一柱:50 m ×0.2 mm ×0.5 μm DB-Petro(J & W Scientific, Folsom, CA);第二柱:2.5 m ×0.1 mm ×0.4 μm DB-17ht(J & W Scientific, Folsom, CA);柱系统2:第一柱:60 m ×0.25 mm ×0.25 μm DB-WAX(J & W Scientific, Folsom, CA);第二柱:3 m ×0.1 mm ×0.4 μm DB-1701(J & W Scientific, Folsom, CA)。

1.2 仪器分析条件

气相色谱-质谱仪分析条件:HP-5MS石英毛细管柱(50 m ×0.20 mm(id) ×0.33 μm),载气He, EI离子源温度230 °C,电离能量70 eV,四极杆温度150 °C。

全二维气相色谱-飞行时间质谱分析条件:进样口温度250 °C;柱前压600 kPa,恒压;载气He,纯度99.9995%;分流比1:30;进样量0.5 μL;调制周期5 s;程升条件40 °C(1 min),以3 °C/min升到220 °C(30 min);TOFMS采集频率及采集范围:50 Hz, 35~500 u;离子源温度220 °C;传输线温度250 °C。

1.3 香精样品及香精溶液的配制

(1)烟用香精代号为:034、097、002和096。

(2)香精溶液的配制:由于直接稀释法能全面、真实地反映香精原液的特点,避免其它杂质的引入和前处理方法不当造成的组分比例失真,因此本项目中香精溶液均采用直接稀释配制。具体方法是:以70%的无水乙醇作溶剂,按照加香时该香精在混合香精溶液中所占的比例稀释配制。配制完成的

溶液应在冰箱内保存,并限于三天内使用。

2 结果与讨论

2.1 全二维气相色谱(GC × GC)分析条件的优化

全二维气相色谱(GC × GC)的分离机理与GC类似,影响分离的因素有温度、线速、载气的种类和柱系统等。在GC × GC中,组分在柱2中的保留时间很短,只有几秒钟,可以认为是在恒温下进行的,因此从柱1流出温度决定了在柱2中的保留,GC × GC调制要求柱1产生一个比柱2相对较宽的峰,因此升温速率不能太快,2~5 /min为宜,否则会降低柱1的分辨率。考虑到香精组成复杂,本文选用5 /min作为合适的升温速率。除此之外,调制参数的设置与不同柱系统的匹配也影响GC × GC的分离。柱系统的匹配还包括柱长、内径、液膜厚度与固定相的匹配。

2.1.1 调制参数的优化

全二维气相色谱的关键部件是调制器,主要的调制方式有阀调制、热调制、冷调制和冷喷调制四类。本文所用调制器是冷喷调制器,因此调制参数还包括冷气与热气的设置和调制周期的选择。本文将液氮作为冷喷调制器的气源(热气与冷气)。冷气和热气分别起吸附和脱附作用。冷气流量与热气加热电压是可调的,因此冷气流量和热气加热电压的设置会影响调制效果。固定合适的冷气流量,变化加热电压,峰高与峰面积的比值与加热电压的关系见图2。可见,电压在30V到60V之间时随加热电压的增加聚焦效果明显改善,而电压超过60V时聚焦效果改善不明显,因此加热电压选为60V。

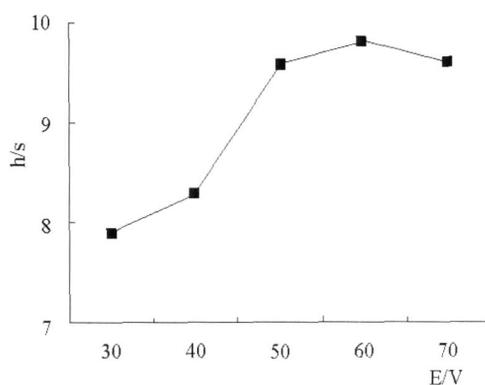


图2 峰高与峰面积的比值(h/s)与加热电压的关系

2.1.2 柱系统的优化

到目前为止文献报道的二维柱系统均为第一维使用厚液膜或者较长的非极性柱,第二维使用细

内径、薄液膜、中等极性或极性的短柱,第一维按照沸点分离,第二维按照极性分离,结合程序升温,可以实现正交分离。

我们将对以下两种柱系统进行优化:柱系统1:第一柱:50 m × 0.2 mm × 0.5 μm DB-Petro (J & W Scientific, Folsom, CA);第二柱:2.5 m × 0.1 mm × 0.4 μm DB-17ht (J & W Scientific, Folsom, CA);柱系统2:第一柱:60 m × 0.25 mm × 0.25 μm DB-WAX (J & W Scientific, Folsom, CA);第二柱:3 m × 0.1 mm × 0.4 μm DB-1701 (J & W Scientific, Folsom, CA)。

图3给出了采用柱系统1的分离结果,此柱系统虽然实现了族组分分离,但后面流出的单个组分出现重叠。通过定性得知后面流出的组分以中等极性或者极性物质为主。为此本文将第一维用极性柱代替非极性柱,第二维用中等极性柱。从图3中可以看出,柱系统2的峰形和分离效果更好,组分按照极性与分子构型的不同比较好地分布于二维空间,实现了单个组分分离,而且分离出的组分数更多,较适于单个组分的分析。

2.2 全二维气相色谱-飞行时间质谱(GC × GC-TOFMS)对烟用香精的定性分析

在上述优化条件下,本文使用GC × GC-TOFMS对034、097、002和096等四种香精样品进行分析。这四种香精样品在一维GC/MS上分离峰太少或色谱图中有明显重叠峰。具体以烟用香精097为例说明分析结果,并进一步与GC/MS分析结果比较。同时列出香精034、002和096两种分析方法的组分数对比。最后,根据香精品吸效果,比较了不同分析结果所得化学成分和品吸结果之间的对应,以说明成分和功能之间的关系。

2.2.1 GC × GC-TOFMS对香精097的定性分析

由于标准样品的缺少,为实现对GC × GC色谱峰的定性,必须与质谱联用。一维GC只能给出一个保留时间,而二维的GC × GC能给出二维保留时间,与TOFMS联机,还可以获得组分的分子结构信息。由于GC × GC中一个峰被多次调制进入柱2得以在检测器中检出,因此在GC × GC-TOFMS中可以被多次鉴定和确认,定性结果更为可靠。另外不同组分三维信息完全相同的可能很小,可以通过质谱提供的峰纯度信息说明峰的“唯一”程度。

在相同的色谱柱系统上对烟用香精097的色谱条件进行优化,并在优化条件下分别进行GC × GC-TOFMS分析,标准质谱图库自动检索被分析组分

的质谱,并对检索结果进行人工核对,然后根据质谱总离子流图找出与 GC × GC-FID 谱峰的一一对应关系,对其中部分组分用标准品进行确认。在优

化的柱系统和操作条件下获得的香精 097 的 GC × GC 色谱图见图 4。香精 097 的鉴定结果见表 2。

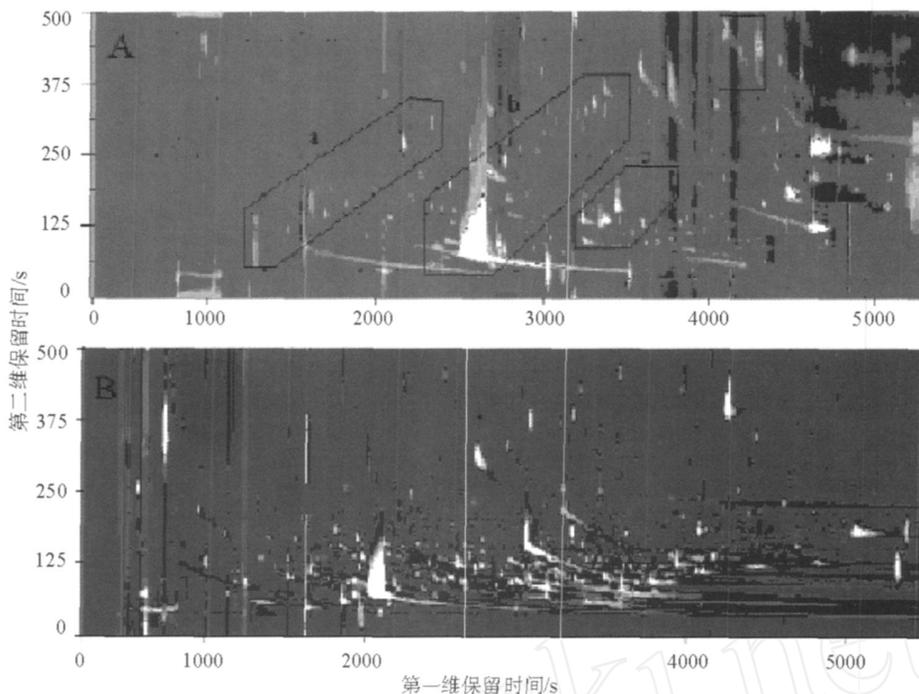


图 3 两套不同柱系统的 GC × GC 谱图。

A: 柱系统 1, B: 柱系统 2; a: 酯类, b: 醇类, c: 酮类, d: 吡啶类

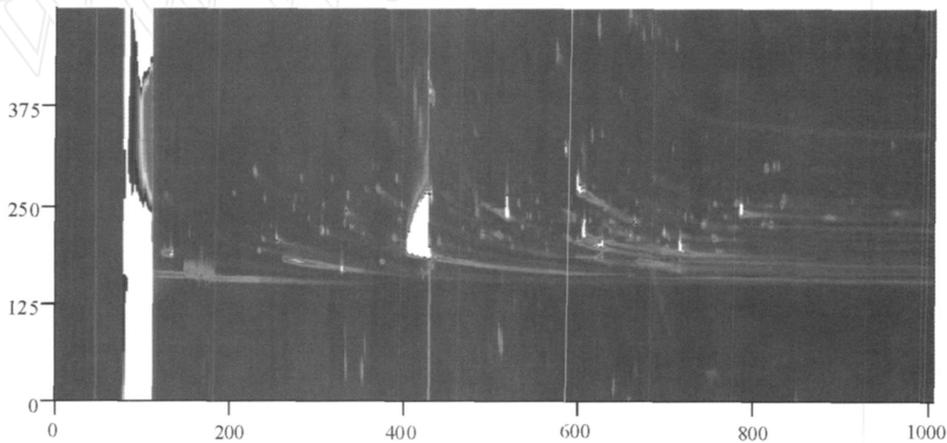


图 4 在优化条件下香精 097 的 GC × GC 色谱图

从表 2 中可以看出, GC × GC-TOFMS 共鉴定出 35 种化合物, 这些化合物从种类上来看, 主要是醇类有 13 种, 其次是酮类有 10 种, 另外还有一些醛类(6 种)、酯类(3 种)、酸类(1 种)等。从成分来看, 在烟用香精 097 中除了大量的溶剂乙醇、保润剂丙二醇外, 含量较高的是 1-羟基-2-丙酮、糠醛、2-羟基-2-环戊烯-1-酮、3-甲基-1, 2-环戊二酮、2(5H)-咪喃酮、2, 5-二甲基-4-羟基-3(2H)-咪喃酮、5-甲基-2-(1-甲基乙基)环己醇、2-乙基-3-羟基-4H-吡喃-4-酮、戊酸等。

2.2.2 与香精 097 在一维 GC/MS 上定性分析结果的比较

利用一维 GC/MS, 在 HP-5MS(50 m × 200 μm × 0.33 μm) 色谱柱上对烟用香精 097 的分离条件进行优化, 并在优化条件下分别进行 GC/MS 分析, 利用 Nist98 标准质谱图库自动检索被分析组分的质谱, 并对检索结果进行人工核对, 然后根据质谱总离子流图找出与 GC 谱峰的一一对应关系, 对其中部分组分用标准品进行确认。烟用香精 097 的鉴

定结果见表3。

表2 烟用香精097的GC×GC-TOFMS鉴定结果及各化合物的相对含量

峰号	延迟时间/s	化合物	分子式	相对含量/%
1	755.143	1-丙醇	C ₃ H ₈ O	0.009
2	1330.12	乙酸酐	C ₄ H ₆ O ₃	0.009
3	1344.24	异丙醇	C ₃ H ₈ O	0.002
4	1444.2	1-羟基-2-丙酮	C ₃ H ₆ O ₂	0.017
5	1544.4	2-羟基丙酸乙酯	C ₅ H ₁₀ O ₃	0.006
6	1848.2	乙酸	C ₂ H ₄ O ₂	0.008
7	1859.02	1-乙酰氧基-2-丙酮	C ₅ H ₈ O ₃	0.0021
8	1863.84	糠醛	C ₅ H ₄ O ₂	0.005
9	1886.26	2,4,6-三甲基-3-环己烯-1-醛	C ₁₀ H ₁₆ O	0.010
10	1907.06	2-丙基-2-庚烯醛	C ₁₀ H ₁₈ O	0.002
11	1991.28	2,2-二甲基-3-(2-甲基-1-丙烯基)环丙基甲酸甲酯	C ₁₁ H ₁₈ O ₂	0.004
12	2138.1	二甲酸-1,2-丙二醇酯	C ₅ H ₈ O ₄	0.002
13	2242.72	丙二醇	C ₃ H ₈ O ₂	49.135
14	2303.36	2-(2-乙氧基乙氧基)乙醇	C ₆ H ₁₄ O ₃	0.065
15	2334.4	1-甲基-4-(1-甲基乙基)环己醇	C ₁₀ H ₂₀ O	0.045
16	2372.7	2-呋喃甲醇	C ₅ H ₆ O ₂	0.003
17	2562.32	戊酸	C ₅ H ₁₀ O ₂	0.103
18	2622.64	2(5H)-呋喃酮	C ₄ H ₄ O ₂	0.011
19	2652.34	2-羟基-2-环戊烯-1-酮	C ₅ H ₆ O ₂	0.012
20	2755.24	-二氢大马酮	C ₁₃ H ₂₀ O	0.018
21	2782.38	3-甲基-1,2-环戊二酮	C ₆ H ₈ O ₂	0.826
22	3063.64	1-十二碳烯	C ₁₂ H ₂₄	0.030
23	3136.54	1-戊烯-3-酮	C ₅ H ₈ O	0.014
24	3221.92	2-乙基-3-羟基-4H-吡喃-4-酮	C ₇ H ₈ O ₃	0.406
25	3236.4	2,5-二甲基-4-羟基-3(2H)-呋喃酮	C ₆ H ₈ O ₃	0.295
26	3277.42	1-苯基-1,2-乙二醇	C ₈ H ₁₀ O ₂	0.005
27	3308.6	4-乙基-,4-三甲基-3-(1-甲基乙基)-环己烷甲醇	C ₁₅ H ₂₆ O	0.016
28	3316.02	2,3-二羟基丙醛	C ₃ H ₆ O ₃	0.024
29	3423.86	2-[2-(乙烯氧基)乙氧基]-乙醇	C ₆ H ₁₂ O ₃	0.015
30	3780.42	丙三醇	C ₃ H ₈ O ₃	0.179
31	3843.02	反-四氢-5-甲基-2-呋喃甲醇	C ₆ H ₁₂ O ₂	0.032
32	4190.38	5-羟基甲基-2-呋喃甲醛	C ₆ H ₆ O ₃	0.024
33	4360.82	香兰素	C ₈ H ₈ O ₃	0.014
34	4486.28	2-[2-(乙烯氧基)乙氧基]-乙醇	C ₆ H ₁₂ O ₃	0.008
35	4687.12	4-(4-羟基苯基)-2-丁酮	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	0.014

表3 烟用香精097的GC/MS鉴定结果

峰号	延迟时间/min	化合物	相对含量/%
1	4.49	乙酸	0.074
2	5.60	1-羟基-2-丙酮	0.019
3	7.49	丙二醇	53.594
4	14.30	丙三醇	0.155
5	15.10	2-(2-乙氧基乙氧基)乙醇	0.053
6	15.95	2-羟基-3-甲基-2-环戊烯-1-酮	0.024
7	16.90	2,5-二甲基-4-羟基-3(2H)呋喃酮	0.315
8	20.61	5-甲基-2-(1-甲基乙基)环己醇	0.040
9	21.33	2-乙基-3-羟基-4H-吡喃-4-酮	0.392
10	21.41	4,6-二甲基-2H-吡喃-2-酮	0.024
11	25.62	香兰素	0.012
12	25.90	-二氢大马酮	0.015
13	26.41	罗汉柏烯	0.009
14	27.87	4-(4-羟基苯基)-2-丁酮	0.018
15	29.01	雪松醇	0.005

从表3可以看出,GC/MS共鉴定出匹配率超过80%的15种化合物,除大量保润剂兼溶剂丙二醇外,其中含量较高的是2-羟基-3-甲基-2-环戊烯-1-酮、2-乙基-3-羟基-4H-吡喃-4-酮、2,5-二甲基-4-羟基-3(2H)-呋喃酮、4,6-二甲基-2H-吡喃-2-酮、5-甲基-2-(1-甲基乙基)环己醇等。

比较表2和表3中的化学成分可以看出,全二维GC×GC-TOFMS不仅检出了一维GC/MS检出的全部组分,而且多鉴定出20种组分,如糠醛、2-羟

表4 利用GC×GC-TOFMS和GC/MS定性的组分数对比

香精名	GC/MS定性的组分数(匹配率大于70%)	GC×GC-TOFMS定性的组分数(相似度大于80%)
002	11	25
096	17	38
034	35	61

由此可见,GC×GC-TOFMS比一维GC/MS具有更强的分离能力,可定性的组分明显多于一维GC/MS,有利于更全面地认识香精的化学成分。

2.2.4 对烟用香精097的定性分析与品吸结果的研究

烟用香精097提供的品吸结果说明其具有如下特点和功能,“有焦甜香,烟香谐调,矫味添香,掩盖不良气息,改善余味,使烟气柔和成团”。

通过查找各种组分的致香功能可以看出,一维气相色谱和全二维气相色谱都检出的组分是决定香精功能的重要组成部分。2,5-二甲基-4-羟基-3(2H)-呋喃酮具有果香、焦糖香气,似煮熟菠萝的“焦甜芳香”,还有草莓的香气,在烟草制品中能改善香味,使其具有浆果样丰满的香料烟韵味,在混合型卷烟中效果比较明显。2-乙基-3-羟基-4H-吡喃-4-酮具有烤麦芽和焦糖的甜香,类似麦芽酚的特征香,留香非常持久。在烟草中能增强可可、坚果、焦糖、香荚兰、浆果的风味,与烟香谐调,可“抑制刺激性,改善烟香吸味”。香兰素具有浓而甜的香荚兰豆特征气味,香气持久,“与烟草香味非常谐调”,“赋予烟草丰满柔和的风味”,也用以修饰可可、坚果、脂香等香韵。-二氢大马酮有青草、类似玫瑰的花香,在烟草中能给予白肋烟香韵,“增强卷烟的香气和风味”。

而一维GC/MS未鉴定出的组分对强化香精的风格也具有十分重要的作用。甲基环戊烯醇酮及其衍生物具有增强卷烟烤香风味,调节吃味口感的作用。它们和其它酮类如2,5-二甲基-4-羟基-3(2H)-呋喃酮、2-乙基-3-羟基-4H-吡喃-4-酮等一起

基-2-环戊烯-1-酮、3-甲基-1,2-环戊二酮、2(5H)-呋喃酮、2,4,6-三甲基-3-环己烯-1-醛等。

2.2.3 GC×GC-TOFMS对香精034、096、002等的定性分析

利用GC×GC-TOFMS对香精034、096、002等的分析结果同样表明,GC×GC-TOFMS对香精这种复杂的分析对象具有更强的分离能力。香精034、096、002等分别在GC×GC-TOFMS和GC/MS上定性的组分数见表4。

调节焦甜香。碳数在6以下的酸所形成的酯类主要是增加果香和酒香,调配风味,“可改善吸味”。

由此可见,GC×GC-TOFMS比一维GC/MS的分析结果更符合该香精的评吸结果,有利于更准确地认识香精的组成与功能之间的关系。

3 结论

香精是用一种或几种香料与适量溶剂调和制成的、具有一定香气和香味的物质,当它被用于卷烟生产时,就称为烟用香精。在卷烟生产过程中,施加香精的主要目的就是掩盖烟草的刺激和杂气,突出烟草风格。对其化学组成进行准确地定性分析,不仅有助于调香人员在化学组成的层次上理解和把握不同香精的功能和特点,而且将有助于改变目前仅依靠经验调香的现状,增强加香配方研究的科学性,提高调香工作的效率。

目前一般使用一维气相色谱/质谱(GC/MS)进行定性分析,然而对于一些香精而言,它们在一维色谱上分离峰太少或色谱图中有明显重叠峰,导致无法得到准确的成分分析结果。因此,本文采用全二维气相色谱-飞行时间质谱(GC×GC-TOFMS)对烟用香精进行了定性分析,优化分析条件,并与一维色谱分析结果进行比较。最后,比较了不同分析结果所得化学成分和品吸结果之间的对应关系。结果表明,优化条件为:升温速率5 /min,加热电压60V,柱系统选择为第一柱:60m×0.25mm×0.25μm DB-WAX(J&W Scientific, Folsom, CA);第二柱:3m×0.1mm×0.4μm DB-1701(J&W Scientific, Folsom, CA)。在此条件下,相对于一

(下转第26页)

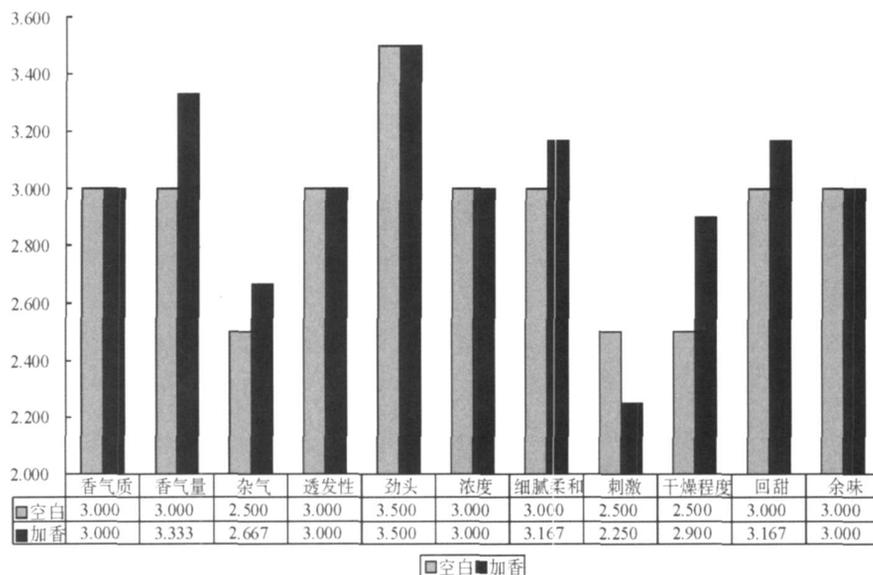


图4 乙醇提取的刺槐花浸膏 10 mg/kg 在 S. H 参比卷烟中的作用评价

3 结论

刺槐花浸膏提取最佳条件为:95%食用酒精,干刺槐花/95%食用酒精(kg/L)为1/10~1/15,提取时间为15h,提取溶剂温度为80℃。刺槐花浸膏以10mg/kg加于S.H参比卷烟中在增加香气量、改善干燥程度方面有较好作用。因此,乙醇提取刺槐花浸膏在中式卷烟中具有良好的应用前景,为更好地开发利用我国刺槐花资源提供了科学依据。

参考文献

[1] 张承曾,汪清如. 日用调香术[M]. 北京:轻工业出版社,1989.
[2] 张承曾. 天然香料手册[M]. 北京:轻工业出版社,1989.
[3] 胡熙明. 中华本草[M]. 上海:上海科技出版社,1996.

[4] 刘成梅,游海. 天然产物有效成分的分离与应用[M]. 北京:化学工业出版社,2003.
[5] 李潘. 中国栽培植物发展史[M]. 北京:科学出版社,1984:1-11.
[6] 龙春焯. 贵州刺槐花精油的化学成分[J]. 天然产物研究与开发,1991,3(3):84-87.
[7] 李兆琳. 刺槐花挥发油化学成分的研究[J]. 兰州大学学报(自然科学版),1993,29(4):124-126.
[8] 贾春晓. 郑州刺槐花挥发油化学成分分析[J]. 郑州轻工业学院学报(自然科学版),2004,19(2):15-18.
[9] 键建中. 槐花浸膏和芦丁的超临界CO₂提纯工艺研究[J]. 医药工程设计,2006,27(6):1-3.
[10] 键建中,丁信伟,等. 一种超临界CO₂流体萃取提纯槐花中天然香精油的方法:中国,138380[P]. 2002-11-20.

(上接第22页)

维GC/MS的分析结果而言,GC×GC-TOFMS具有更强的分离能力,可定性的组分明显多于一维GC/MS。根据信息理论,多维系统的信息量等于所有维信息量之和减去交叉信息,交叉信息越多,不能使用的分离空间越多,而正交分离是指两维的分离不相关,两维间交叉信息量为零,峰容量为组成它的二根柱子各自峰容量的乘积,分离度为二柱各自分离度平方和的平方根^[4,5]。通过比较两种分析方法得到的化学成分,由GC×GC-TOFMS得到的结果更符合该香精的评吸结果。这种分析方法分辨率高、峰容量大、灵敏度高、定性分析结果可靠,有利于更全面地认识香精的化学成分,更准确地认识香精的组成与功能之间的关系。为增强加香配方研究的科学性、提高调香工作的效率提供有力的

支持。

参考文献

[1] B. C. Madsen, H. W. Lale. Qualitative and quantitative in situ fluorometry of citrus oil thin-layer chromatograms [J]. J. Chromatogr., 1970, 50: 288-291.
[2] 鹿洪亮,赵明月,刘惠民,薄云川. 全二维气相色谱/质谱的原理及应用综述[J]. 烟草科技,2005,3:22-25.
[3] 朱书奎,路鑫,邢钧,等. 全二维气相色谱/飞行时间质谱用于烟用香精化学组分的分析[J]. 分析化学,2006,34(2):191-195.
[4] Frysinger G. S., Gaines R. B., J. High Resol. Quantitative determination of BTEX and total aromatic compounds in gasoline by comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography (GC×GC) [J]. Chromatogr., 1999, 22(4):195-200.
[5] 许国旺,叶芬,孔宏伟,等. 全二维气相色谱技术及其进展[J]. 色谱,2001,19(2):132-136.