

MonoTrap 结合 GC×GC-qMS 定性分析卷烟烟草中的香味成分

摘要：本文利用固相萃取整体捕集剂 MonoTrap RSCC18，60℃下顶空萃取烟草中的香味成分，经二氯甲烷洗脱后，采用岛津全二维气相色谱质谱联用仪（GC×GC-qMS）进行定性分析，从中鉴定出 322 种组分。与常规气相色谱质谱联用法（GCMS）相比，该方法在烟草香味成分的研究过程中具有较大的优势。

关键词：全二维气相色谱质谱联用法 MonoTrap 烟草 定性分析

烟草的香味是评价卷烟质量的重要指标，烟草品质的优劣，很大程度上取决于烟草的香味。烟草的香味成分非常复杂，目前已经鉴定出的组分大约有 4000 种，各种香味成分的组成、含量、比例及相互作用，决定着烟草的风味。

气相色谱质谱联用法（GCMS）是鉴定烟草中香味成分的重要手段，在烟草化学的研究过程中发挥了重要的作用。但是，烟草是非常复杂的体系，采用常规石英毛细管柱分析烟草，许多化合物的色谱峰是重叠的，能够通过质谱鉴定出的组分最多不超过 100 种，准确定量就更难了。全二维气相色谱（GC×GC）是 20 世纪 90 年代发展起来的一种分离复杂混合物的全新手段，它把分离机理不同而又相互独立的两根色谱柱通过调制器以串联方式连接成二维气相色谱柱系统。全二维气相色谱比普通一维气相色谱具有分辨率更高、峰容量大、灵敏度高、分析速度快等优点。

本文利用固相萃取整体捕集剂 MonoTrap RSCC18 富集烟草中的香味成分，经二氯甲烷洗脱后，采用岛津全二维气相色谱质谱联用仪（GC×GC-qMS）进行分析，从中鉴定出 322 种成分。本实验可应用于卷烟的品质控制、真伪鉴别以及指纹图谱的建立。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津全二维气相色谱质谱联用仪
GCMS-QP2010 Ultra（GC×GC-qMS）

进样口温度：220℃
调制周期：7sec
进样方式：不分流进样（1min）

1.2 分析条件

GC条件：

色谱柱一：InertCap Pure Wax，
30m×0.25mm×0.25μm
色谱柱二：BPX-1，2.5m×0.1mm×0.1μm

进样量：1μL
MS条件：
离子化方式：EI
离子源温度：200℃
接口温度：230℃
柱温程序：40℃(2 min)_2℃/min_250℃(20 min) 溶剂延迟时间：10min

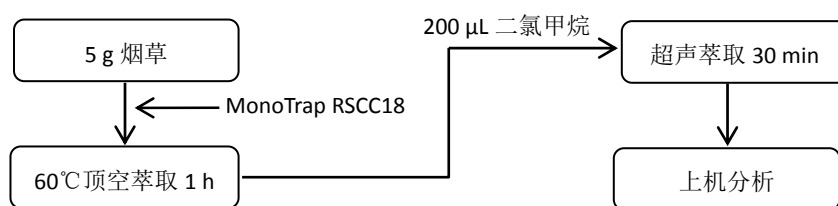
载气：氮气

载气控制方式：恒压，240kPa

采集方式：Scan（m/z 55~369）

采样频率：50Hz

1.3 样品制备



2 结果讨论

2.1 色谱图

采用 GC×GC-qMS 对某卷烟烟草进行分析, 得到的二维轮廓图如图 1 所示。其中, 横坐标为第一维保留时间, 纵坐标为第二维保留时间。将红色方框内的谱图放大, 并显示其三维色谱图, 如图 2 和图 3 所示。

结果表明, GC×GC 柱系统第一维采用极性 InertCap Pure Wax(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) 色谱柱, 将目标组分按照极性进行分离, 第一维重叠的组分又会在第二维 BPX-1(2.5 m × 0.1 mm × 0.1 μm) 的色谱柱上按照沸点高低进行分离, 分离度得到本质的提高。

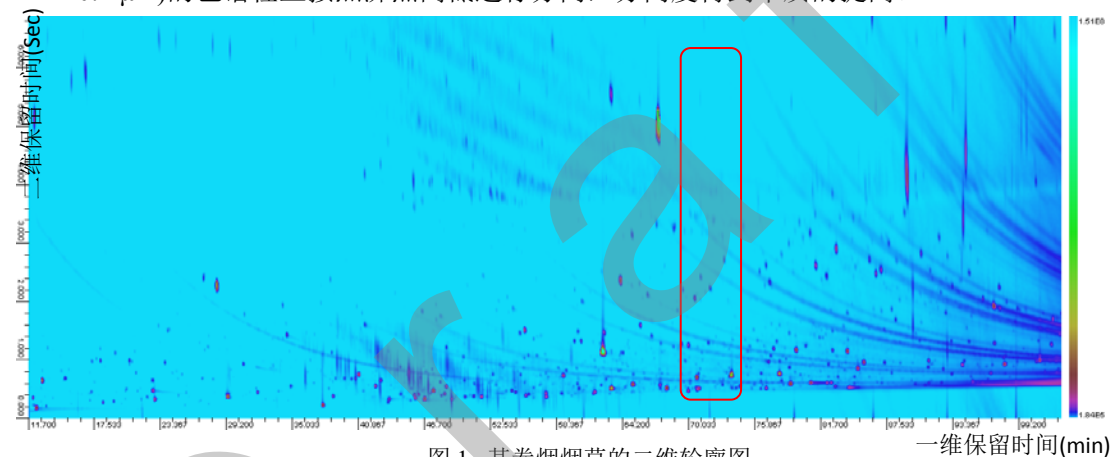


图 1. 某卷烟烟草的二维轮廓图

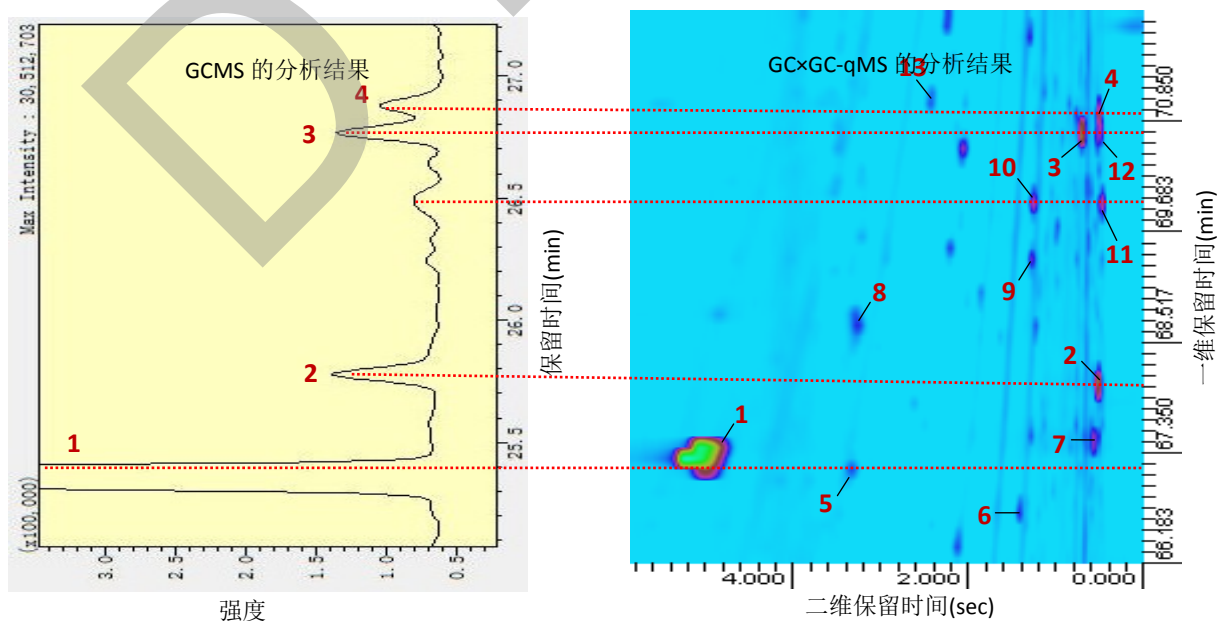


图 2. GCMS 与 GC×GC-qMS 的分析结果对比

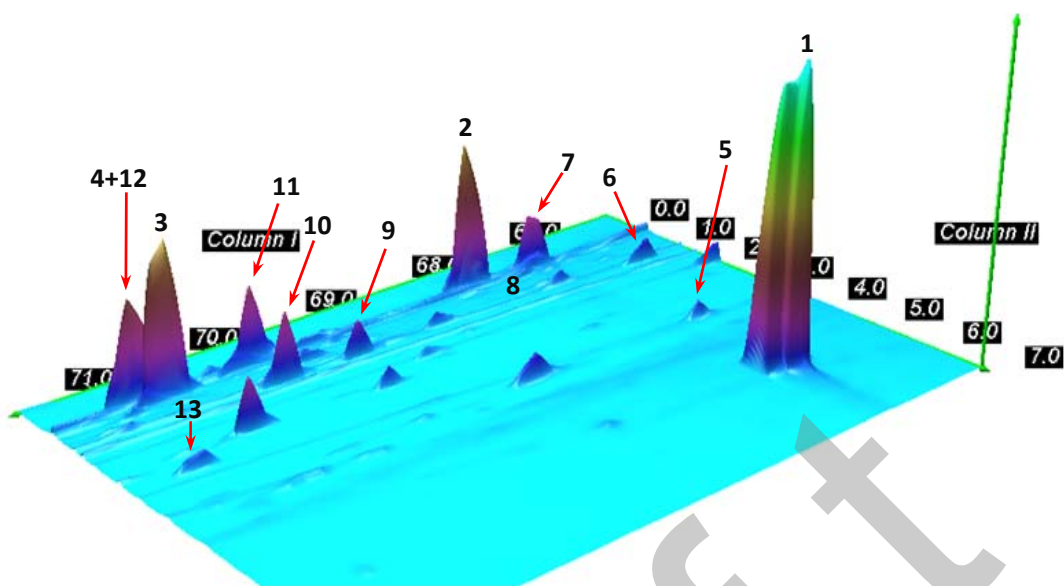


图 3. 卷烟烟草的三维色谱图

表 1. 组分名称及 CAS 号

No.	英文名称	CAS 号
1	Phytol, acetate	无
2	4-Methyl-hexadecahydro-pyrene	无
3	Benzaldehyde, 3-methoxy-	591-31-1
4	1-Pantoyl lactone	5405-40-3
5	4-Methyl-hexadecahydro-pyrene	无
6	3-Buten-2-one, 4-(2,2,6-trimethyl-7-oxabicyclo[4.1.0]hept-1-yl)-	23267-57-4
7	Maltol	118-71-8
8	4-Methyl-hexadecahydro-pyrene	无
9	3-Buten-2-one, 4-(2,2,6-trimethyl-7-oxabicyclo[4.1.0]hept-1-yl)-	23267-57-4
10	4,6,10,10-Tetramethyl-5-oxatricyclo[4.4.0.0(1,4)]dec-2-en-7-ol	97371-50-1
11	Phenol	108-95-2
12	1H-Pyrrole-2-carboxaldehyde	1003-29-8
13	Tridecanoic acid, 12-methyl-, methyl ester	5129-58-8

2.2 定性检索结果

结合 NIST 11 标准质谱库，对每个峰进行谱库检索，共有 322 个峰被定性出（正相检索相似度大于 800，反相检索相似度大于 850），具体结果见表 1。

表 1. 某卷烟烟草定性检索结果

No.	化合物分类	定性组分数（个）
1	醇类化合物	31
2	酚类化合物	10
3	醚类化合物	16
4	醛类化合物	24

5	酮类化合物	52
6	酯类化合物	56
7	羧酸类化合物	13
8	内酯化合物	7
9	胺类化合物	4
10	含氮杂环化合物	23
11	呋喃类化合物	7
12	烃类化合物	67
13	含硫化合物	5
14	其他化合物	7
	合计	322

3 结论

本文采用固相萃取整体捕集剂 MonoTrap RSCC18 富集卷烟烟草中的香味成分，经二氯甲烷萃取后，GC×GC-qMS 进行定性分析，共有 322 个组分被定性出。结果表明，GC×GC-qMS 在复杂体系的定性分析过程中，具有非常突出的优势。本实验可应用于卷烟的品质控制、真伪鉴别以及指纹图谱的建立。