

小花茉莉净油的 分子蒸馏分离-气相色谱-质谱分析

柯炜昌^{1,2}

(1.中国地质大学(武汉)材料与化学学院,湖北武汉 430074;
2.湖北中烟工业有限责任公司技术研发中心,湖北武汉 430051)

摘要:为了提高小花茉莉净油在色谱-质谱分析时信号强度和分离度,采用分子蒸馏对小花茉莉净油进行分子蒸馏分离,根据各段特性进行色谱-质谱分析。在15~20Pa真空度条件下,用分子蒸馏仪将小花茉莉净油分成沸程60℃以下,60~90℃、90℃以上(分子蒸馏仪温度)的三段组分,根据各沸程组分特性进行程序升温条件优化,气相色谱-质谱分析。结果显示:小花茉莉净油在气相色谱-质谱分析前经分子蒸馏处理,可以提高组分的色谱分离度和色谱信号,且有较高的匹配度;经谱图检索有59种组分被检出,其中25种组分未见文献报道。该方法能更全面反映物料组成,并且因分子蒸馏的高抗氧化和裂解性能可用于热敏性和易氧化的香精香料的质量监控和常规分析,分析结果可为配方、产品开发和调香提供指导。

关键词:小花茉莉净油,分子蒸馏,气相色谱-质谱

Gas chromatographic-mass spectrometric analysis of Jasminum Sambac Ait by using molecular distillation

KE Wei-chang^{1,2}

(1.Faculty of Material Science and Chemistry, China University of Geoscience, Wuhan 430074, China;
2.Technology Center of Wuhan Tobacco(Group) Co., Ltd., Wuhan 430051, China)

Abstract: In order to improve the signal strength and the degree of separation in GC-MS, Jasminum Sambac Ait was separated by molecular distillation. Jasminum Sambac Ait was separated into three segments (under 60°C, 60~90°C, over 90°C) by molecular distillation, according to each segments' characteristic, the conditions of Molecular Distillation and GC-MS were optimized. It was found that the resolution and intensity of components in chromatographic peaks were enhanced, the same as similarity. Fifty-nine compounds were identified, thirty-five of which were the first reported. Results showed that the method could reflect the material composition more completely, because of the advantages of the molecular distillation in separation of flavors and fragrances with heat-sensitive and easily oxidized. The analysis result could provide guidance for the blend and product development of flavors and fragrances.

Key words: Jasminum Sambac Ait; molecular distillation; gas chromatography-mass spectrometry

中图分类号: TS201.6

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2014)04-0070-06

茉莉具有令人心旷神怡的香气,自古就被用做香精香料的原料。小花茉莉净油香气清新,温浓飘逸,细致而透发,对烤烟型、混合型卷烟有增香添味的作用,赋予其清新温浓的烟草风味,是烟草调香及日化产品常用的原料,尤其用在高档卷烟中。但是,目前对小花茉莉净油的成分分析并不多,前处理方法主要采用水蒸汽蒸馏和同时蒸馏萃取方法^[1-3],小花茉莉净油成分复杂,采用常规的蒸馏前处理方法容易导致热敏性组分分解或发生反应,分析出的组分也比较少,影响最终的定性和定量分析。

分子蒸馏由于在高真空环境下,蒸馏温度低,物料受热时间短,其成分在分子蒸馏前后不会有太大变化等优点^[4],特别适合于热敏性以及易氧化物料的分选,有利于保持成分在处理前后的活性。分子蒸馏有离心式和刮膜式两种,其中后者在低温分离挥发性成分和减少组分分解更有优势^[5]。本文采用的是刮膜式分子蒸馏仪对小花茉莉净油进行分离,将分离后的几段组分根据各自特性优化气相色谱条件,再进行气相色谱-质谱分离,标准谱库检索进行定性,面积归一化进行定量,得到了较满意的结果。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

小花茉莉净油(相对密度(d_{40}^{20})=0.934,折射率(n_D^{20})=1.485) 上海浦晟日用香精香料公司;无水乙

收稿日期:2013-05-13

作者简介:柯炜昌(1977-),男,硕士研究生,工程师,主要从事质量安全方面的研究。

醇(AR)、二氯甲烷(AR) 国药集团化学试剂有限公司。

POPE 2型分子蒸馏仪 德国POPE公司; 气相色谱(6890)-质谱(5973)联用仪 美国Agilent公司; LABOROTA-4000型旋转蒸发器 德国Heidolph公司; BP221S型分析天平(感量:0.1mg) 德国Sartorius公司。

1.2 分子蒸馏流程

取70mL小花茉莉净油按如下条件和流程进行分子蒸馏。

进料速度0.8~1.0mL/min、真空度15~20Pa、加热温度60℃和90℃, 冷却温度10~12℃、转速260r·min⁻¹。

分子蒸馏流程图见图1:

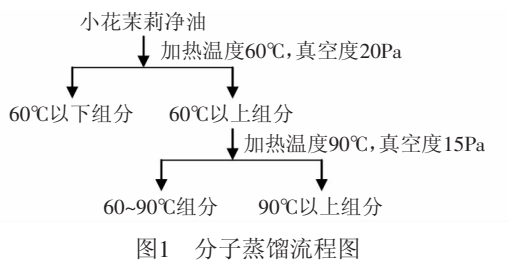


图1 分子蒸馏流程图

Fig.1 Figure of molecular distillation procedure

本文采用每步所得组分称重并进行GC-MS定性, 面积归一化进行定量, 各组分在物料中相对百分含量按照以下计算方式确定并计入各组分中成分在面积归一化定量分析所得的含量中, 即为组分中成分的相对百分含量。

每步分子蒸馏得率(%)=(所得组分质量/上一步分离的总质量)×100;

所得组分在分离前的相对百分含量=第一步分子蒸馏得率×第二步分子蒸馏得率;

组分中成分的相对百分含量=面积归一化定量分析所得的含量×所得组分在分离前的相对百分含量。

1.3 样液处理

准确称取每步组分0.01g置于50mL烧杯中, 加入少许二氯甲烷, 转移至50mL容量瓶中, 二氯甲烷定容, 取2mL制备的样品稀释液用0.45μm有机相滤膜过滤, 取滤液进行GC-MS分析。

每次分子蒸馏处理后, 仪器用重蒸过的无水乙醇每次200mL洗涤三次, 收集洗涤液用旋转蒸发器浓缩称重, 计为每次分离的损失质量M₁, 接收瓶内接受到的组分质量M₂, 则该组分的总质量为M=M₁+M₂。

1.4 GC-MS分析条件

色谱柱: DB-5MS(50m×0.25mm i.d.×0.25μm.d.f); 手动进样, 进样量: 60℃以下组分和60~90℃组分为1.0μL; 90℃以上组分和未经分子蒸馏的小花茉莉净油为0.8μL; 进样口温度: 250℃; 分流比50:1; He气(纯度为99.999%)流速: 1.0mL/min, 恒流; 线速度: 26cm/min; 气相色谱-质谱接口温度: 280℃; 电离方式: EI; 电子能量: 70eV; 离子源温度: 230℃; 四极杆温度: 150℃; 质量扫描范围: 29~550amu。

程序升温条件根据各段特性如下所定:

60℃以下组分: 40℃(2min) 4℃/min 100℃(2min) 3℃/min 220℃(2min) 10℃/min 290℃(10min);

60~90℃组分: 60℃(2min) 4℃/min 130℃(2min) 2℃/min 220℃(2min) 20℃/min 290℃(15min);

90℃以上组分: 60℃(2min) 8℃/min 130℃(2min) 2℃/min 240℃(2min) 10℃/min 290℃(20min);

未经分子蒸馏的小花茉莉净油: 60℃(2min) 8℃/min 120℃(2min) 3℃/min 240℃(2min) 10℃/min 290℃(20min)。

2 结果与讨论

2.1 分子蒸馏条件

为保证物料内组分的稳定性, 合适的分子蒸馏条件(如蒸馏温度和真空度及物料流速)是非常必要的。温度越低, 物料速度越快, 真空度越大, 物料组分越稳定^[5]。本文兼顾分离效果及色谱分析条件, 优化最佳的蒸馏条件, 保证组分的稳定性及每组分出峰均匀。

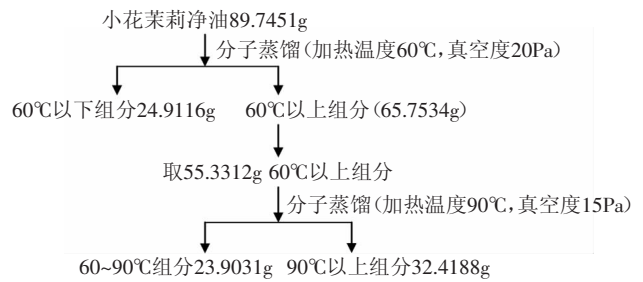


图2 各沸程组分质量关系图

Fig.2 Relation of segment quality

2.2 气相色谱-质谱分离

为确保满意的色谱信号强度和分离度, 根据各段组分的特性, 优化气相色谱-质谱条件。从图3~图6可以看出, 各组分的主要成分差别明显, 在图5中峰形较小的组分在其他图中峰高有较大的增强, 峰形较尖锐, 分离度较好。

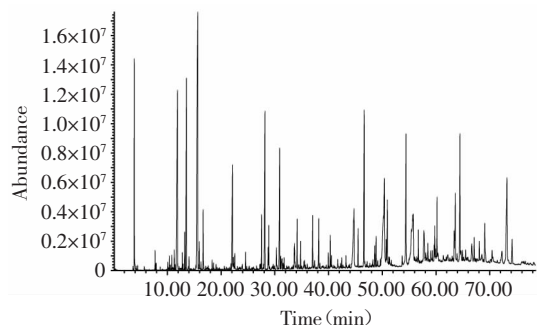


图3 小花茉莉净油总离子流色谱图

Fig.3 Total ionic chromatogram of Jasminum Sambac Ait

2.3 定性定量分析

按以上色谱条件对未经分子蒸馏的小花茉莉净油, 60℃以下组分, 60~90℃组分, 90℃以上组分分别进行GC-MS色谱分析, 其总离子流图见图3~图6。经

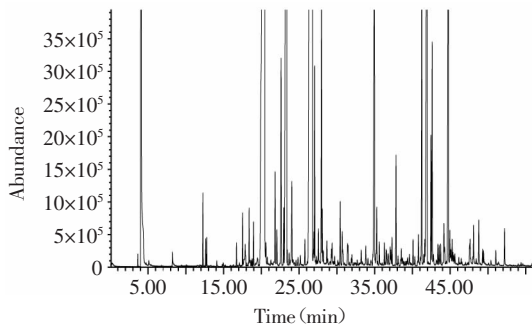


图4 60℃以下组分总离子流色谱图

Fig.4 Total ionic chromatogram of segment (under 60°C)

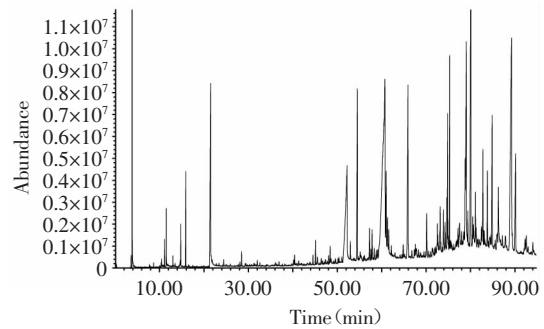


图6 90℃以上组分总离子流色谱图

Fig.6 Total ionic chromatogram of segment (over 90°C)

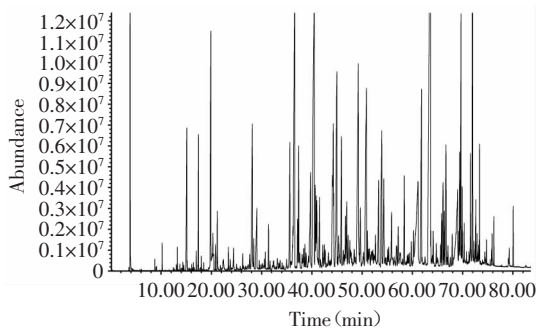


图5 60~90℃组分总离子流色谱图

Fig.5 Total ionic chromatogram of segment (60~90°C)

面积归一化定量得到各组分成分的百分含量,并通过计算机检索及人工解析质谱与标准谱定性^[6-7],从各段组分中共鉴定出59种化合物,其中25种未见文献报道,具体结果见表1。

表1~表3是小花茉莉净油经分子蒸馏后检出的成分表,除棕榈酸外可以找到表4中所有成分,并且有水杨酸甲酯、丁子香酚、 δ -杜松烯、乙酸苯乙酯、金合欢醇、香叶醇、1-二十二烯、茄尼醇等25种成分在表4中没有的,且文献未见报道。表明分子蒸馏处理具有富集低浓度组分、提高色谱信号强度、增加组分检出量等优点。

从分析结果看,经分子蒸馏才检出的成分在赋

表1 60℃以下组分的化学成分表

Table 1 Chemical composition of segment (under 60°C)

序号	保留时间(min)	化合物	分子式	分子量	相对含量	匹配度(%)
1	4.10	乙醇 (Alcohol)	C ₂ H ₆ O	46	7.631	99
2	12.26	叶醇 (Leaf alcohol)	C ₆ H ₁₂ O	100	0.241	97
3*	12.63	2-己烯醇 (2-Hexen-1-ol)	C ₆ H ₁₂ O	100	0.085	91
4*	12.76	己醇 (Hexanol)	C ₆ H ₁₄ O	102	0.090	86
5*	16.71	安息香醛 (Benzaldehyde)	C ₇ H ₆ O	106	0.086	95
6*	17.51	6-甲基-5-庚烯-2-酮 (6-Methyl-5-Hepten-2-one)	C ₈ H ₁₄ O	126	0.179	94
7*	18.38	顺式乙酸-3-烯己脂 (Cis-3-hexenyl-acetate)	C ₈ H ₁₄ O ₂	142	0.190	83
8	20.44	苯甲醇 (Benzyl Alcohol)	C ₇ H ₈ O	108	18.152	97
9	21.82	顺式氧化芳樟醇 (Cis-Linalool Oxid)	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	0.426	91
10*	22.06	甲酸苯甲酯 (Benzyl Formate)	C ₈ H ₈ O ₂	136	0.195	98
11	22.61	反式氧化芳樟醇 (Trans-linalool oxid)	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	1.124	91
12*	22.96	苯甲酸甲酯 (Benzoate Methyl)	C ₈ H ₈ O ₂	136	0.258	95
13	23.35	芳樟醇 (Linalool)	C ₁₀ H ₁₈ O	154	10.679	97
14*	24.04	苯乙酸 (Benzeneethanol)	C ₈ H ₁₀ O	122	0.451	95
15*	25.77	L-樟脑 (L-Camphor)	C ₁₀ H ₁₆ O	152	0.126	98
16	26.75	乙酸苯甲酯 (Benzyl Acetate)	C ₉ H ₁₀ O ₂	150	31.548	97
17	27.07	环氧芳樟醇 (Eoxylinalool)	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	0.775	80
18*	27.57	萜烯二醇 (Terpendiol)	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	0.142	83
19*	27.96	水杨酸甲酯 (Methyl Salicylate)	C ₈ H ₈ O ₃	152	1.386	89
20*	28.07	α -松油醇 (α -Terpineol)	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.231	91
21*	30.45	香叶醇 (Geraniol)	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.295	95
22*	33.22	肉桂醇 (Cinnamyl Alcohol)	C ₉ H ₁₀ O	134	0.072	98
23	34.97	氨基苯甲酸甲酯 (Methyl Anthranilat)	C ₈ H ₉ NO ₂	151	9.550	97
24*	35.28	丁子香酚 (Eugenol)	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	164	1.000	98

续表

序号	保留时间(min)	化合物	分子式	分子量	相对含量	匹配度(%)
25*	36.29	Geranyl Acetate(乙酸香叶酯)	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	196	0.094	87
26	37.83	邻N-甲基苯甲酸甲酯(Methyl N-methyl Antranilate)	C ₉ H ₁₁ NO ₂	165	0.495	96
27	38.53	δ-金合欢烯(δ-Farnesene)	C ₁₅ H ₂₄	204	0.071	86
28*	40.09	α-律草烯(α-Humulene)	C ₁₅ H ₂₄	204	0.118	98
29*	40.32	石脑油(Naphtha)	C ₁₅ H ₂₄	204	0.160	93
30*	40.79	α-紫穗槐烯(α-Amorphene)	C ₁₅ H ₂₄	204	0.130	98
32	41.24	α-香柠檬烯(α-Bergamotene)	C ₁₅ H ₂₄	204	4.870	81
33	41.94	金合欢烯(Farnesene)	C ₁₅ H ₂₄	204	6.607	96
34*	42.26	α-紫穗槐烯(α-Amorphene)	C ₁₅ H ₂₄	204	0.592	98
35	42.62	δ-杜松烯(δ-Cadinene)	C ₁₅ H ₂₄	204	1.080	99
36	44.18	橙花叔醇(Nerolidol)	C ₁₅ H ₂₆ O	222	0.228	95
37	44.75	反式苯甲酸-3-己烯酯(Cis-3-Hexenyl Benzoate)	C ₁₃ H ₁₆ O ₂	204	2.951	91
38*	44.96	苯甲酸己酯(Hexyl Benzoate)	C ₁₃ H ₁₈ O ₂	206	0.162	90
39	48.09	水杨酸己酯(Hexyl Salicylate)	C ₁₃ H ₁₈ O ₃	222	0.182	91

注: 编号未标的成分在表4中能检测到, 标*的为在表4中未能检出而在60℃以下检出成分。

表2 60~90℃组分化学成分表

Table 2 Chemical composition of segment (60~90℃)

序号	保留时间(min)	化合物	分子式	分子量	相对含量	匹配度(%)
1	3.84	乙醇(Alcohol)	C ₂ H ₆ O	46	1.885	99
2	8.76	叶醇(Leaf alcohol)	C ₆ H ₁₂ O	100	0.038	96
3	15.11	苯甲醇(Benzyl alcohol)	C ₇ H ₈ O	108	1.420	97
4	17.01	氧化芳樟醇(Cis-linalool oxide)	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	0.074	91
5	17.44	芳樟醇(Linalool)	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.717	97
6	19.91	乙酸苯乙酯(Benzyl acetate)	C ₉ H ₁₀ O ₂	150	2.395	97
7	20.81	萜烯二醇(Terpendiol)	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	0.136	83
8	23.40	香叶醇(Geraniol)	C ₁₀ H ₁₈ O	154	0.125	94
9▲	28.16	邻氨基苯甲酸甲酯(Methyl anthranilate)	C ₈ H ₉ NO ₂	151	2.033	95
10	28.45	丁香酚(Eugenol)	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	164	0.210	98
11	31.39	邻N-甲基苯甲酸甲酯(Methyl N-methyl anthranilate)	C ₉ H ₁₁ NO ₂	165	0.303	96
12	35.63	α-香柠檬烯(α-Bergamotene)	C ₁₅ H ₂₄	204	1.351	92
13	36.58	α-金合欢烯(α-Farnesene)	C ₁₅ H ₂₄	204	4.764	96
14	37.15	α-紫穗槐烯(α-Amorphene)	C ₁₅ H ₂₄	204	0.406	97
15	37.39	δ-杜松烯(δ-Cadinene)	C ₁₅ H ₂₄	204	0.979	98
16	39.72	金合欢醇(Farnesol)	C ₁₅ H ₂₆ O	222	1.297	91
17▲	40.47	顺-苯甲酸-3-己烯酯(Cis-3-hexenyl benzoate)	C ₁₃ H ₁₆ O ₂	204	6.705	91
18	40.66	苯甲酸己酯(Hexyl benzoate)	C ₁₃ H ₁₈ O ₂	206	0.554	91
19	44.26	萘醇(Muurolol)	C ₁₅ H ₂₆ O	222	4.487	91
20	45.89	水杨酸己酯(Hexyl salicylate)	C ₁₃ H ₁₈ O ₃	222	1.335	91
21	50.86	苯甲酸苯甲酯(Benzyl benzoate)	C ₁₁ H ₁₂ O ₂	212	3.373	98
22▲	55.85	水杨酸苯酯(Benzyl salicylate)	C ₁₄ H ₁₂ O ₃	228	0.545	90
23▲	58.39	甲基棕榈酸(Methyl palmitate)	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270	0.821	98
24▲	61.80	乙基棕榈酸(Ethyl palmitate)	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	1.975	99
25	63.59	香叶基芳樟醇(Geranyl linalool)	C ₂₀ H ₃₄ O	290	10.509	97
26▲	65.79	1-十九烯(1-Octadecene)	C ₁₈ H ₃₆	252	0.366	99
27▲	66.35	10,13-十八二烯酸甲酯(10,13-octadecadienoic acid, methyl ester)	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	294	0.471	99
28	66.68	9,12,15-十八三烯酸甲酯(Methyl 9,12,15-octadecatrienoate)	C ₁₉ H ₃₂ O ₂	292	1.480	99
29▲	67.08	叶绿醇(Phytol)	C ₂₀ H ₄₀ O	296	0.180	93
30▲	69.25	十八酸乙酯(Ethyl stearate)	C ₂₀ H ₄₀ O ₂	312	0.257	99
31▲	69.42	亚油酸乙酯(Ethyl linolenate)	C ₂₀ H ₃₄ O ₂	306	0.934	99

续表

序号	保留时间(min)	化合物	分子式	分子量	相对含量	匹配度(%)
32▲	69.67	亚油酸乙酯(Ethyl linolenate)	C ₂₀ H ₃₄ O ₂	306	2.081	99
33▲	69.92	1-十七烯(1-Heptndecen e)	C ₁₇ H ₃₄	238	0.604	98
34▲	70.31	十八酸乙酯(Ethyl stearate)	C ₂₀ H ₄₀ O ₂	312	0.193	99
35▲	71.55	螺(4,5)葵烷(n Spiro(4,5) deca)	C ₁₀ H ₁₈	138	0.628	94
36▲	72.00	1-二十二烯(1-Docosene)	C ₂₂ H ₄₄	308	3.855	99
37▲	73.36	环二十四烷(Cycloterracosane)	C ₂₄ H ₄₈	336	0.450	86
39	80.05	角鲨烯(Squalene)	C ₃₀ H ₅₀	410	0.317	96

注:编号未标的成分在表4中能检测到,标▲为仅在60~90℃中检出。

表3 90℃以上组分化学成分表

Table 3 Chemical composition of segment (over 90℃)

序号	保留时间(min)	化合物	分子式	分子量	相对含量	匹配度(%)
1	3.83	乙醇(Alcohol)	C ₂ H ₆ O	46	3.086	99
2	11.52	苯甲醇(Benzyl Alcohol)	C ₇ H ₈ O	108	0.351	96
3	14.79	乙酸苯甲酯(Benzyl Acetate)	C ₉ H ₁₀ O ₂	150	0.240	97
4	21.48	邻氨基苯甲酸甲酯(Methyl Anthranilate)	C ₈ H ₉ NO ₂	151	3.170	97
5	54.54	金合欢烯(Geranyl Linalool)	C ₂₀ H ₃₄ O	290	3.029	86
6	65.92	(10-二十一烯10-Heneicosene)	C ₂₁ H ₄₂	294	3.346	99
7■	73.92	2-单棕榈精(2-Monopalmitin)	C ₁₉ H ₃₈ O ₄	330	0.848	90
8	80.06	角鲨烯(Squalene)	C ₃₀ H ₅₀	410	5.966	96
9■	82.79	茄尼醇(Solanesol)	C ₄₅ H ₇₄ O	631	1.364	83

注:编号未标的成分在表4中能检测到,标■为仅在90℃以上检出。

表4 小花茉莉净油化学成分表

Table 4 Chemical composition of Jasminum Sambac Ait

序号	保留时间(min)	化合物	分子式	分子量	相对含量	匹配度(%)
1	3.82	乙醇(Alcohol)	C ₂ H ₆ O	46	3.017	99
2	7.71	叶醇(Leaf alcohol)	C ₆ H ₁₂ O	100	0.162	97
3	11.88	苯甲醇(Benzyl Alcohol)	C ₇ H ₈ O	108	6.541	97
4	13.22	氧化芳樟醇(Cis-Linalool Oxide)	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	0.487	91
5	13.54	芳樟醇(Linalool)	C ₁₀ H ₁₈ O	154	4.166	97
6	14.03	苯乙醇(Phenethyl alcohol)	C ₈ H ₁₀ O	122	0.229	95
7	15.88	乙酸苯甲酯(Benzyl Acetate)	C ₉ H ₁₀ O ₂	150	0.055	98
8	15.95	环氧芳樟醇(Epoxy linalol)	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	170	0.308	78
9	22.10	邻氨基苯甲酸甲酯(Methyl Anthranilate)	C ₈ H ₉ NO ₂	151	2.707	97
10	24.54	邻N-甲基苯甲酸甲酯(Methyl N-methyl Antranilate)	C ₉ H ₁₁ NO ₂	165	0.271	96
11	27.52	α-香柠檬烯(α-Bergamotene)	C ₁₅ H ₂₄	204	0.859	22
12	28.16	金合欢烯(Farnesene)	C ₁₅ H ₂₄	204	3.904	94
13	28.87	δ-杜松烯(δ-Cadinene)	C ₁₅ H ₂₄	204	0.671	99
14	30.31	橙花叔醇(Nerolidol)	C ₁₅ H ₂₆ O	222	0.446	95
15	30.90	反式苯甲酸-3-己烯酯(Cis-3-Hexenyl Benzoate)	C ₁₃ H ₁₆ O ₂	204	3.168	91
16	34.15	萘醇(Muurolol)	C ₁₅ H ₂₆ O	222	0.896	95
17	34.79	水杨酸己酯(Hexyl salicylate)	C ₁₃ H ₁₈ O ₃	222	0.442	91
18	38.17	苯甲酸苯甲酯(Benzyl benzoate)	C ₁₁ H ₁₂ O ₂	212	0.977	98
19	44.75	棕榈酸(Palmitic acid)	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256	3.584	99
20	45.50	棕榈酸乙酯(Ethyl Palmitate)	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284	0.685	99
21	46.64	香叶基芳樟醇(Geranyl linalool)	C ₂₀ H ₃₄ O	290	4.408	97
22	48.85	9,12,15-十八烯酸甲酯(Methyl 9,12,15-octadecatrienoate)	C ₁₉ H ₃₂ O ₂	292	0.544	99
23	54.41	10-二十一烯(10-Heneicosene)	C ₂₁ H ₄₂	294	3.673	99
24	64.46	角鲨烯(Squalene)	C ₃₀ H ₅₀	410	2.935	96

予小花茉莉净油清新,温浓飘逸,细致而透发的香气也有重要的作用;同时,还可以改善卷烟的吸味,修饰烟香。例如,6-甲基-5-庚烯-2酮有强烈的油脂青香,在烟草中修饰果香,增添青香,烘托上等烟叶^[8]。乙酸苯乙酯,香叶醇,金合欢醇,提供清香和甜蜜香,在烟草中增添蜜甜烟香风味和水果香气^[9]。水杨酸甲酯有特殊的冬青香气,味甜,是薄荷型烟的增凉剂^[8]。

原组分中棕榈酸在分子蒸馏后未能检出,可能是该组分在色谱峰中附近有很多组分同时被分子蒸馏富集而影响其分离定性所致。

2.4 组分间质量关系

表5 组分质量关系数据表
Table 5 Relation of segment quality

组分	第一步分子蒸馏 得率(%)	第二步分子蒸馏 得率(%)	相对百分 含量(%)
60℃以下组分	27.8	-	27.8
60-90℃组分	73.3	43.2	31.7
90℃以上组分	73.3	58.6	42.9

表5中三组分相对百分含量之和为102.4%,说明有正偏差,可能是浓缩残液时带入无水乙醇未能蒸发干净所致。

3 结论

该方法采用分子蒸馏对小花茉莉净油进行精分

离,在GC-MS色谱分析上可以灵活地根据各段特性进行色谱-质谱条件优化,有助于色谱信号强度和分离度的提高。与传统方法相比,该分析方法所得结果更能全面地反映物料的香味成分,并检出25种新组分,且在热敏性物料分析中更显优势。

参考文献

- [1] 张春玲. 小花茉莉净油化学成分的GC/MS分析[J]. 质谱学报, 1999(1):24-26.
- [2] 王海琴. 食用茉莉花香味成分的GC/MS分析[J]. 昆明师范高等专科学校学报, 2006(4):23-24.
- [3] 刘建军. 茉莉花香气分析及收集方法研究进展[J]. 河南农业, 2011(6):31-33.
- [4] Lnlisan J. Mean free path of molecules on molecular distillation[J]. The Chemical Engineering Journal, 1995, 56: 39-40.
- [5] Batistella C B. Modeling, simulation and analysis of molecular distillations: centrifugal and falling film[J]. Computers Chem Engng, 1996(20):19-24.
- [6] Batistella C B. Recovery of carotenoids from palm oil by molecular distillation[J]. Computers Chem Engng, 1998(22):53-60.
- [7] McLafferty F W. The wiley/nbs registry of mass spectral data[M]. America: A Wiley Interscience Publication, 1998:46-48.
- [8] 张悠金. 烟用香精香料[M]. 合肥: 中国技术大学出版社, 1996: 78-79.
- [9] Wright D H, Herman V K, Konstantinides F N, et al. Determination of quinolone antibiotics in growth media by reversed-phase high-performance liquid chromatography[J]. Journal of Chromatography B: Biomedical Sciences and Applications, 1998, 709(1):97-104.
- [10] 肖勤. 化学发光免疫分析新进展[J]. 分析实验室, 2011, 30(1):112-122.
- [11] 张静. 恩诺沙星化学发光酶免疫分析方法研究[D]. 郑州: 郑州大学, 2010.
- [12] 高泽斌, 马悦, 李晓兰. 化学发光法和免疫印迹法检测糖尿病自身抗体的结果分析[J]. 放射免疫学杂志, 2011, 24(4): 453-454.
- [13] 谢玮, 赵梓, 陶国华. 化学发光免疫分析测定胰岛素及C肽在2型糖尿病诊断中的临床应用[J]. 标记免疫分析与临床, 2009, 16(5):283-285.
- [14] 邹晓楠, 龚云飞, 奚茜, 等. 恩诺沙星人工抗原及多克隆抗体的制备[J]. 安徽农业科学, 2012, 40(27):13415-13417.
- [15] 蒋兴东, 陈玉飞, 涂健, 等. 恩诺沙星在肌肉组织中残留的ELISA检测方法研究[J]. 畜牧与兽医, 2008, 40(8):30-33.
- [16] 刘红, 曾振灵, 杨桂香, 等. 恩诺沙星ELISA快速检测方法的建立[J]. 中国兽医杂志, 2006, 11(3):13-15.
- [17] 赵银丽, 王建华, 王自良, 等. 抗恩诺沙星单克隆抗体杂交瘤细胞株的筛选及竞争ELISA试剂盒的研制[J]. 核农学报, 2008, 22(6):898-903.
- [18] 刘邓, 丁飞, 侯瑞霞, 等. 恩诺沙星化学发光免疫分析试剂盒的研制[J]. 食品工业科技, 2012, 33(17):325-329.

(上接第69页)

(4):519-521.

[4] Wang Y P, Li L, Shen F J, et al. Quinolone-resistance in Salmonella is associated with decreased mRNA expression of virulence genes *invA* and *avrA*, growth and intracellular invasion and survival[J]. Veterinary Microbiology, 2009, 133(2):328-334.

[5] Yamamoto T, Takubo S, Fujita K, et al. Cloning and restriction analysis of DNA conferring new quinolone antimicrobial agent resistance from *Staphylococcus aureus* and other coagulase-negative *Staphylococcus* species[J]. FEMS Microbiology Letters, 1990, 68(3):325-339.

[6] Sonstein S A, Burnham J C. Effect of low concentrations of quinolone antibiotics on bacterial virulence mechanisms[J]. Diagnostic Microbiology and Infectious Disease, 1993, 16(4):277-289.

[7] Robert J D, Darius D, Hollings M T, et al. Identification and initial structure-activity relationships of a novel non-peptide quinolone GnRH receptor antagonist[J]. Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters, 1999, 9(17):2615-2620.

[8] Dimitrova D J, Lashev L D, Yanev S G, et al. Pharmacokinetics of enrofloxacin and its metabolite ciprofloxacin in male and female turkeys following intravenous and oral administration[J]. Veterinary Research Communications, 2006, 30(4):415-422.

[9] Jerome J S, Pharm D, Thomas F G, et al. Quinolone pharmacokinetics in the elderly[J]. The American Journal of Medicine, 1992, 92(4):33-37.