

## 全二维气相色谱-飞行时间质谱法测定烟草的中性化学成分

鹿洪亮<sup>1,2</sup>, 赵明月<sup>2</sup>, 刘惠民<sup>2</sup>, 龚安达<sup>1</sup>, 于 静<sup>3</sup>,  
郑湖南<sup>1</sup>, 梁俐俐<sup>1</sup>, 李 莉<sup>2</sup>, 魏步建<sup>1</sup>

(1. 福建中烟工业公司, 福建 厦门 361022; 2. 中国烟草总公司郑州烟草研究院, 河南 郑州 450001;  
3. 郑州轻工业学院食品与生物学院, 河南 郑州 450002)

**摘要**: 建立了采用全二维气相色谱-飞行时间质谱(GC × GC-TOFMS)分析烟草的中性化学成分的方法。以 DB-Petro(50 m × 200 μm × 0.5 μm) 为第一维色谱柱, DB-1701(2.3 m × 100 μm × 0.1 μm) 为第二维色谱柱; 调制周期为 8 s, 柱头压力为 550 kPa, 采用程序升温方式, 初始温度分别为 80 °C 和 85 °C。采用所建立的方法对不同部位的烟叶、不同品种烟草中的 25 种中性香味成分含量进行了测定和对比。结果表明: 云南楚雄产云烟 85 的中性香味成分(不包括新植二烯)的总量以中部叶最高, 其次是上部叶, 下部叶最少; 国内外不同品种的烤烟中性香味成分的含量高低顺序为: 巴西烤烟最高, 其次是津巴布韦烤烟、云烟 85、中烟 101、NC89、K326; 4 类烟草中性香味成分含量最高的是香料烟, 其次是白肋烟、烤烟、马里兰烟。

**关键词**: 全二维气相色谱-飞行时间质谱; 同时蒸馏萃取; 中性化学成分; 烟草

中图分类号: O658 文献标识码: A 文章编号: 1000-8713(2007)01-0030-05 栏目类别: 研究论文

## Determination of Neutral Chemical Constituents in Flue-Cured Tobacco by Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography and Time-of-Flight Mass Spectrometry

LU Hongliang<sup>1,2</sup>, ZHAO Mingyue<sup>2</sup>, LIU Huimin<sup>2</sup>, GONG Anda<sup>1</sup>, YU Jing<sup>3</sup>,  
ZHENG Hunan<sup>1</sup>, LIANG Lili<sup>1</sup>, LI Li<sup>2</sup>, WEI Bujian<sup>1</sup>

(1. R. & D. Center of Fujian Tobacco Industry Corporation, Xiamen 361022, China; 2. Zhengzhou Tobacco Research Institute of China National Tobacco Corporation (CNTC), Zhengzhou 450001, China; 3. School of Food and Biological Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

**Abstract**: A method was established to analyze neutral chemical constituents in tobacco accurately by comprehensive two-dimensional gas chromatography and time-of-flight mass spectrometry (GC × GC-TOFMS). A DB-Petro column (50 m × 200 μm × 0.5 μm) was chosen as the column for the first dimension, and a DB-1701 column (2.3 m × 100 μm × 0.1 μm) was chosen as the column for the second dimension. The modulation period was set at 8 s, and the column pressure was 550 kPa. The initial temperatures of the two columns were set at 80 °C and 85 °C respectively and then increased with temperature programming. The contents of the neutral chemical constituents in different positions of tobacco leaves, product regions and varieties of tobacco were compared. The results showed that the total contents of the 24 neutral fractions in the middle leaves was the most, then in the upper leaves and the least in the lower leaves. These contents in the flue-cured tobacco produced by Brazil was the highest, followed by Zimbabwe, Yunyan85, Zhongyan101, NC89 and K326. In four kinds of tobacco, the total contents of the 24 neutral fractions in Oriental tobacco was the highest, followed by Burly tobacco, Flue-cured tobacco and Maryland tobacco.

**Key words**: comprehensive two-dimensional gas chromatography and time-of-flight mass spectrometry (GC × GC-TOFMS); simultaneous distillation extraction; neutral chemical constituents; tobacco

收稿日期: 2006-03-30

第一作者: 鹿洪亮, 男, 硕士研究生, Tel (0592) 6536113, Fax (0592) 6536111, E-mail: deardeer@126.com.

通讯联系人: 赵明月, 男, 博士生导师, Tel (0371) 67672230, E-mail: mingyuezhao2004@sina.com.

基金项目: 国家烟草专卖局资助项目(No. 110200302028).

在分析含有 150 ~ 250 种或更多相关化合物的样品时,单柱气相色谱的分离能力往往达不到实验要求<sup>[1]</sup>,许多分析问题需要一维色谱技术所不能提供的更高的分辨率<sup>[2]</sup>,因此传统的二维色谱(GC + GC)应运而生。全二维气相色谱(GC × GC)作为一门新技术,是在传统的二维色谱技术的基础上发展起来的新技术,具有峰容量大、分辨率高、族分离和瓦片效应等特点<sup>[3]</sup>,因此在复杂体系的分离分析中发挥出越来越重要的作用<sup>[4]</sup>。目前,GC × GC 已经广泛应用于手性分离<sup>[5]</sup>、环境分析<sup>[6,7]</sup>、石油<sup>[8]</sup>、农药<sup>[9]</sup>、植物精油<sup>[10,11]</sup>和中草药<sup>[12]</sup>等的分离分析中,但在烟草化学分析中的应用还比较少。Dallüge 等<sup>[13]</sup>探讨了全二维气相色谱-飞行时间质谱(GC × GC-TOFMS)应用于烟气分析的实验条件。2003 年,路鑫等<sup>[14]</sup>从主流烟气冷凝物酸性组分中分离出 1 000 多种化合物,包括 139 种有机酸和 150 多种酚类物质,信噪比(S/N) ≥ 100。2004 年,路鑫等<sup>[15]</sup>从主流烟气冷凝物碱性组分中分离出了 377 种含氮化合物,包括 155 种吡啶类化合物、104 种喹啉类化合物、56 种吡嗪类化合物。2004 年,路鑫等<sup>[16]</sup>分析了烟气中的碳氢化合物。目前,还没有关于全二维气相色谱技术分析烟叶化学成分的相关报道。

烟草是一个复杂的化学体系,成分极其复杂<sup>[17]</sup>,目前已经鉴定出 3 044 种成分<sup>[18]</sup>。烟草中中性化学成分的种类多,含量大,对卷烟的香气和吃味有重要贡献。烟草香味是评价烟草及卷烟质量的重要指标,烟草中中性成分的分析研究有利于提高烟草及其制品的质量,为叶组配方、新产品开发提供重要的参考。因此将 GC × GC/TOFMS 应用于烟草化学成分分析,准确地对其成分进行定量,可以更有效地指导烟草行业选择烟叶原料、提高产品质量、开发新产品。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

全二维气相色谱-飞行时间质谱仪(GC × GC-TOFMS 配备 Pegasus 4D 工作站)(美国 LECO 公司);改进型同时蒸馏萃取仪(N-SDE)(国家烟草质量监督检验中心提供);RE52-99 旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂)。二氯甲烷,色谱纯,购自 TEDIA 公司;氢氧化钠、盐酸、氯化钠、无水硫酸钠和无水乙醇为分析纯,由北京化工厂提供。

### 1.2 样品与标样

本实验样品为 2002 年采收的烤烟、香料烟、白肋烟、马里兰烟共 12 种。其中烤烟 6 个品种:云烟 85、K326、中烟 101、NC89 中部烟叶(C<sub>3</sub>F)(以上 4

种为河南烟叶产区)、津巴布韦 L20J、巴西 CL1;云烟 85(云南楚雄产)上部桔黄叶(B<sub>2</sub>F)、中部桔黄叶(C<sub>3</sub>F)、下部桔黄叶(X<sub>2</sub>F)烟叶。所有实验样品由中国烟草总公司郑州烟草研究院提供。

糠醛(2-furaldehyde)、糠醇(furfuralcohol)、苯甲醛(benzaldehyde)、5-甲基糠醛(5-methyl-furfural)、6-甲基-5-庚烯-2-酮(6-methyl-5-hepten-2-one)、苯甲醇(benzyl alcohol)、芳樟醇(linalool)、苯乙醇(phenylethyl alcohol)、异佛尔酮(isophorone)、氧化异佛尔酮(4-oxoisophorone)、薄荷酮(DL-menthone)、香茅醇( $\beta$ -citronellol)、D-香芹酮(carvone)、肉桂醇(3-phenyl-2-propen-1-ol)、 $\beta$ -大马酮( $\beta$ -damascenone)、 $\beta$ -二氢大马酮( $\beta$ -(2H)-damascenone)、 $\beta$ -紫罗兰酮( $\beta$ -ionone)、薄荷醇(DL-menthol)、植醇(phytol)、乙酸苯乙酯(acetic acid 2-phenylethyl ester,内标)共 20 种,均为进口试剂(TEDIA Company, Inc.)纯度大于 97%。

### 1.3 样品前处理方法

初烤烟叶去梗,在烘箱中于 40 °C 的温度下干燥 2 h。用研磨机将其粉碎成烟末,过 40 目筛,密封于棕色瓶中。取 25 g 烟末,放入 1 000 mL 的平底烧瓶中,加入 350 mL 蒸馏水(同时加入几块沸石,以免水剧烈沸腾),将烧瓶安装在同时蒸馏萃取仪的左端,然后向 100 mL 的圆底烧瓶中加入 CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> 60 mL,将其安装在同时蒸馏萃取仪的右端,蒸馏时间为 2.5 h。将同时蒸馏萃取所得到的 CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> 萃取液转移到 250 mL 的分液漏斗中,先用 25 mL 的 5% NaOH 溶液洗涤 3 次,再用 25 mL 的 5% HCl 溶液洗涤 3 次,最后用 15 mL 的饱和 NaCl 溶液洗涤两次。上述过程中的水相分别用 10 mL 的 CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> 反萃取两次,并将其合并到相应的有机相中。把所得的有机相转移至 100 mL 的平底烧瓶中,加入 14 g 无水硫酸钠过夜。将干燥后的有机相溶液转移至浓缩瓶中,在 48 °C 左右的温度下用旋转蒸发器浓缩,加入 10  $\mu$ L 内标,并定容至 1.0 mL,即为气相色谱分析的中性样品。

### 1.4 GC × GC-TOFMS 实验条件

#### 1.4.1 GC × GC 条件

柱系统:第一维色谱柱(D1)为 DB-Petro 柱(50 m × 200  $\mu$ m × 0.5  $\mu$ m),第二维色谱柱(D2)为 DB-1701 柱(2.3 m × 100  $\mu$ m × 0.1  $\mu$ m)均为美国 J&W Scientific 公司产品。程序升温方式:D1 为 80 °C (0.2 min)  $\xrightarrow{2\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}}$  230 °C  $\xrightarrow{1\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}}$  270 °C (20 min);D2 为 85 °C (0.2 min)  $\xrightarrow{2\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}}$  235 °C  $\xrightarrow{1\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}}$  275 °C (20 min)。载气:氦气

(99.999 9%) ;冷却剂 :液氮 ;热调制气 :压缩空气 ;冷调制气 :高纯氮。调制器温度比 D1 柱温高 10 ℃ ,D2 柱温至少比 D1 柱温高 5 ℃ ;调制周期 8 s (热气持续时间为 1.6 s ,冷气持续时间为 2.4 s) ;恒压模式 ,柱头压力 550 kPa ;进样量 1 μL ;进样模式为分流进样 ;分流比 30:1 ;采集数据速度 100 Hz ;进样口温度 270 ℃。

#### 1.4.2 TOFMS 条件

溶剂延迟 :4 min ;质量扫描范围 : $m/z$  35 ~ 500 ;采集速度 200 spectra/s ;检测器电压 :1 600 V ;电离能量 70 eV ;质量补偿 (Mass defect) : -66 ;离子源温度 200 ℃ ;采集时显示的谱图 :总离子流色谱图 (TIC) ;平滑谱图所需点数 6 ;峰宽 6。

## 2 结果与讨论

实验选择了烟草行业公认的 25 种主要中性致香成分进行 GC × GC-TOFMS 选择离子法 (SIM) 定量分析 ,对其中有标样的 19 种香味物质采用内标法用标准曲线进行定量 ,对没有标样的 6 种香味成分 (巨豆三烯酮 (magastigmatrienone)、柠檬烯 (limonene)、二氢猕猴桃内酯 (dihydroactinidiolide)、香叶基丙酮 ((*E*)-geranyl acetone)、茄酮 (索拉农) (solanone) 和新植二烯 (neophytadiene)) ,假定其相对校正因子为 1 ,回收率为 100% ,以其与内标峰面积的比值与内标含量的乘积进行定量计算。

对国内烟草行业比较有代表性的 12 种烟草样品进行了定量分析 ,以找出主要香味成分含量的差别 ,为卷烟生产提供参考 ,但因香味成分含量受样品采集年份和产地影响很大 ,本实验数据和结论仅供参考。另外 ,因新植二烯含量比较大 ,但其香味贡献比其他成分小 ,故在总量比较时未计算在内 ,否则其他成分的总量差异表现不明显。

### 2.1 云烟 85 不同部位烟叶的 25 种中性香味成分的含量比较

烟草植株在生长过程中 ,由于受成熟时间、气候、日照时间等影响 ,烟草的不同部位烟叶化学成分含量不同。从表 1 所示数据显示 :云南楚雄产云烟 85 的部分中性香味成分的总量以中部叶最高 ,其次是上部叶 ,下部叶含量最少。当然 ,不同化学成分含量随部位不同也有差别 ,在感官评吸时会影响感官质量。总起来说 ,中部烟叶的感官质量最好 ,抽吸时烟气醇和 ,刺激性小 ,香气量足 ,在中高档卷烟中用量比较大 ;而上部和下部烟叶相对来说 ,刺激性大 ,香气量不足 ,在中低档卷烟中用量比较大。

### 2.2 不同品种烤烟中部叶的 25 种中性香味成分的含量比较

实验选择了国内外 6 个不同品种的烤烟进行中

表 1 云烟 85 不同部位烟叶中性香味成分的含量

Table 1 Contents of 25 neutral constituents of different positions in tobacco Yunyan85  $\mu\text{g/g}$

Neutral constituent	Upper leaves( B <sub>2</sub> F )	Middle leaves( C <sub>3</sub> F )	Lower leaves( X <sub>2</sub> F )
2-Furaldehyde	9.075	14.491	13.28
Furfuralcohol	3.548	4.328	2.101
5-Methyl-furfural	0.344	0.455	0.247
6-Methyl-5-hepten-2-one	0.373	0.474	0.523
Benzyl alcohol	26.021	19.303	15.625
Linalool	0.645	0.708	0.755
Phenylethyl alcohol	5.267	4.345	4.109
Isophorone	0.254	0.269	0.235
4-Oxoisophorone	0.436	0.452	0.449
DL-Menthone	0.158	0.209	0.152
$\beta$ -Citronellol	0.079	0.179	0.069
Carvone	0.066	0.076	0.121
3-Phenyl-2-propen-1-ol	0.136	0.136	0.132
$\beta$ -Damascenone	7.281	9.898	9.886
$\beta$ ( 2H )-Damascenone	0.778	0.974	0.558
$\beta$ -Ionone	0.654	0.566	0.564
DL-Menthol	0.188	0.117	0.123
Benzaldehyde	0.387	0.706	1.162
Phytol	6.957	9.923	6.254
Magastigmatrienone	23.074	20.513	20.087
Limonene	0.147	0.149	0.325
Dihydroactinidiolide	3.525	2.591	2.421
( <i>E</i> )-Geranyl acetone	2.275	2.454	4.719
Solanone	29.499	40.776	31.974
Neophytadiene	380.551	342.836	412.173
Total( except neophytadiene )	121.166	134.092	115.872

性香味成分的含量比较(见表 2) ,结果表明 :中性香味成分含量最高的是巴西烤烟 ,其次是津巴布韦烤烟 ,国内烤烟依次是云烟 85、中烟 101、NC89、K326。巴西和津巴布韦烤烟由于其气候和土壤条件比较适合烤烟种植 ,并且烟叶采收后处理方法比较成熟 ,烟叶整体质量较好 ,在国内中高档卷烟叶组配方中用量较大 ;国内烤烟云烟 85 和中烟 101 由于最近加大了科技攻关 ,对育种、土壤条件及采收后处理方法进行了系统的研究 ,整体质量大幅提升 ,在国内中高档卷烟叶组配方中发挥着越来越重要的作用。

### 2.3 烤烟、香料烟、白肋烟和马里兰烟的中性香味成分含量比较

世界烟草品种主要包含烤烟、香料烟、白肋烟和马里兰烟等 ,由于其基因组成的不同使其风格差别很大 ,无论烤烟型还是混合型卷烟 ,都是这 4 种烟草的一种或几种按不同比例构成叶组配方 ,形成不同风格的卷烟。这 4 种烟草的中性香味成分含量见表 3 结果表明 :中性香味成分含量最高的是香料烟 ,其次是白肋烟、烤烟、马里兰烟。香料烟和白肋烟在混合型卷烟中的用量决定了其风格差异。

表 2 不同品种烤烟中部叶中性香味成分的含量比较

Table 2 Comparison of the content of neutral constituents in different kinds of flue-cured tobacco

 $\mu\text{g/g}$ 

Neutral constituent	Flue-cured tobaccos and their product regions					
	Yunyan85 ( Neixiang )	Zhongyan101 ( Xiangxian )	K326 ( Luxian )	NC89 ( Queshan )	Flue-cured ( Zimbabwe )	Flue-cured ( Brazil )
2-Furaldehyde	19.22	11.085	13.567	11.576	16.225	16.367
Furfuralcohol	5.34	3.155	4.079	1.509	7.789	7.013
5-Methyl-furfural	0.555	0.33	0.604	0.609	1.027	1.111
6-Methyl-5-hepten-2-one	0.457	0.52	0.399	0.541	0.396	0.387
Benzyl alcohol	10.412	15.228	12.479	9.086	10.3	12.544
Linalool	0.621	0.622	0.569	0.694	0.753	0.842
Phenylethyl alcohol	5.305	6.423	3.13	2.986	5.992	5.914
Isophorone	0.238	0.239	0.222	0.204	0.256	0.255
4-Oxoisophorone	0.394	0.509	0.355	0.348	0.449	0.447
DL-Menthone	0.225	0.211	0.197	0.233	0.22	0.185
$\beta$ -Citronellol	0.105	0.08	0.057	0.097	0.095	0.096
Carvone	0.048	2.19	0.06	0.058	0.055	0.05
3-Phenyl-2-propen-1-ol	0.144	0.134	0.135	0.135	0.142	0.133
$\beta$ -Damascenone	10.97	7.34	8.363	12.182	10.981	12.052
$\beta$ ( 2H )-Damascenone	1.348	0.639	0.73	0.771	1.843	0.377
$\beta$ -Ionone	0.719	0.486	0.464	0.636	0.809	0.941
DL-Menthol	0.121	0.117	0.133	0.119	0.344	0.158
Benzaldehyde	0.456	1.391	0.759	1.05	0.022	0.616
Phytol	16.209	15.691	6.665	16.326	14.327	17.172
Magastigmatrienone	15.662	12.065	16.98	12.519	25.728	24.863
Limonene	0.107	0.401	0.131	0.205	0.126	0.016
Dihydroactinidiolide	9.089	0.128	5.375	6.976	2.981	3.344
( E )-Geranyl acetone	2.678	5.669	2.291	4.101	2.757	2.332
Solanone	28.226	25.986	24.509	25.9	28.127	36.29
Neophytadiene	426.481	293.159	295.128	419.454	355.711	370.612
Total( except neophytadiene )	128.649	110.641	102.253	108.862	131.743	143.505

表 3 烤烟、香料烟、白肋烟和马里兰烟的中性香味成分含量比较

Table 3 Comparison of the contents of neutral constituents in four kinds of tobacco

 $\mu\text{g/g}$ 

Neutral constituent	Tobaccos and their product regions			
	Flue-cured tobacco ( Yunnan Province )	Maryland tobacco ( Hubei Province )	Burly tobacco ( Hunan Province )	Oriental tobacco ( Hubei Province )
2-Furaldehyde	14.491	2.233	3.675	12.921
Furfuralcohol	4.328	3.176	5.412	7.886
5-Methyl-furfural	0.455	1.099	0.128	0.196
6-Methyl-5-hepten-2-one	0.474	0.885	0.746	1.503
Benzyl alcohol	19.303	15.947	9.958	20.999
Linalool	0.728	0.198	0.679	1.002
Phenylethyl alcohol	4.348	13.831	12.541	7.357
Isophorone	0.270	0.479	0.577	0.358
4-Oxoisophorone	0.452	1.578	1.279	1.055
DL-Menthone	0.219	0.212	0.19	0.174
$\beta$ -Citronellol	0.182	0.132	0.153	0.238
Carvone	0.078	0.095	0.054	0.107
3-Phenyl-2-propen-1-ol	0.134	0.147	0.135	0.197
$\beta$ -Damascenone	9.898	7	10.052	15.664
$\beta$ ( 2H )-Damascenone	0.976	0.695	1.246	1.446
$\beta$ -Ionone	0.586	1.115	1.542	1.188
DL-Menthol	0.127	0.47	0.166	0.711
Benzaldehyde	0.712	0.858	0.17	2.06
Phytol	9.944	14.275	15.338	13.282
Magastigmatrienone	20.418	17.145	47.785	23.716
Limonene	0.149	0.679	0.423	0.876
Dihydroactinidiolide	4.652	8.075	1.56	6.51
( E )-Geranyl acetone	2.516	7.607	4.487	6.391
Solanone	40.726	26.378	27.62	27.265
Neophytadiene	376.2	493.767	469.094	204.042
Total( except neophytadiene )	136.166	124.311	145.916	153.102

### 3 结论

本文建立了采用全二维气相色谱-飞行时间质谱分析烟草的中性化学成分的方法。采用此方法对不同部位的烟叶、不同品种烟草中的 25 种中性香味成分含量进行了测定和对比。结果表明我国烟草行业目前主要的烟叶品种及不同产地的烟叶在品质上还有很大差别:云南楚雄产云烟 85 的部分中性香味成分总量中部叶的含量最高,其次是上部叶,下部叶最少;国内外不同品种的烤烟中性香味成分的总量比较,结果显示:巴西烤烟含量最高,其次是津巴布韦烤烟,国内烤烟含量依次是云烟 85、中烟 101、NC89、K326 烤烟、香料烟、白肋烟和马里兰烟四种不同风格烟草的中性香味成分总量,香料烟含量最高,其次是白肋烟、烤烟、马里兰烟。以上各种烟叶在不同档次的卷烟叶组配方中因其品质的差别而发挥不同作用。

致谢:本实验得到了中国科学院大连化学物理研究所许国旺教授和路鑫博士的悉心指导,在此表示衷心感谢!

#### 参考文献:

- [ 1 ] Xu G W, Ye F, Kong H W, Lu X, Zhao X J. Chinese Journal of Chromatography ( 许国旺, 叶芬, 孔宏伟, 路鑫, 赵欣捷. 色谱 ), 2001, 19( 2 ): 132
- [ 2 ] Phillips J B, Beens J. J Chromatogr A, 1999, 856 : 331
- [ 3 ] Shellie R, Marriott P, Morrison P. Anal Chem, 2001, 73 :

1 336

- [ 4 ] Lu H L. [ MS Dissertation ]. Zhengzhou : Zhengzhou Tobacco Research Institute of CNTC ( 鹿洪亮. [ 硕士学位论文 ]. 郑州 : 中国烟草总公司郑州烟草研究院 ), 2005
- [ 5 ] Marriott P J, Shellie R, Comwell C. J Chromatogr A, 2001, 936 : 1
- [ 6 ] Santos F J, Galceran M T. J Chromatogr A, 2003, 1 000 : 125
- [ 7 ] Frysinger G S, Gaines R B, Reddy C M. Environmental Forensics, 2002, 3( 1 ): 27
- [ 8 ] Fraga C G, Prazen B J, Synovec R E. Anal Chem, 2000, 72 : 4 154
- [ 9 ] Liu Z Y, Sirimanne S R, Patterson D G, Needham L L Jr, Phillips J B. Anal Chem, 1994, 66 : 3 086
- [ 10 ] Marriott P, Shellie R, Fergeus J, Ong R, Morrison P. Flavour Fragr J, 2000, 15 : 225
- [ 11 ] Krock K A, Ragunathan N, Wilkins C L. Anal Chem, 1994, 66 : 425
- [ 12 ] Wu J F, Lu X, Tang W Y, Kong H W, Zhou S F, Xu G W. J Chromatogr A, 2004, 1 034 : 199
- [ 13 ] Dallüge J, van Stee L L P, Xu X B, Williams J, Beens J, Vreuls R J J, Brinkman U A Th. J Chromatogr A, 2002, 974 : 169
- [ 14 ] Lu X, Cai J L, Kong H W, Wu M, Hua R X, Zhao M Y, Liu J F, Xu G W. Anal Chem, 2003, 75 : 4 441
- [ 15 ] Lu X, Zhao M Y, Kong H W, Cai J L, Wu J F, Wu M, Hua R X, Liu J F, Xu G W. J Sep Sci, 2004, 27 : 101
- [ 16 ] Lu X, Zhao M Y, Kong H W, Cai J L, Wu J F, Wu M, Hua R X, Liu J F, Xu G W. J Chromatogr A, 2004, 1 043 : 265
- [ 17 ] Lu H L, Zhao M Y, Liu H M, Bo Y C. Tobacco Science & Technology/Tobacco Chemistry ( 鹿洪亮, 赵明月, 刘惠民, 薄云川. 烟草科技 ), 2005( 3 ): 22
- [ 18 ] Yan K Y. Tobacco Chemistry. Zhengzhou : Zhengzhou University Press ( 闫克玉. 烟草化学. 郑州 : 郑州大学出版社 ), 2002