

静态顶空-气相色谱法测定葡萄酒中主要香气成分研究

雷安亮^{1,2}, 钟其顶², 高红波², 张 辉³, 刘长江¹, 熊正河²

(1. 沈阳农业大学 食品学院, 辽宁 沈阳 100161; 2. 中国食品发酵工业研究院, 北京 100027; 3. 中粮酒业有限公司, 北京 100005)

摘要:葡萄酒的香气成分反映了葡萄酒质量和生产工艺, 通过对葡萄酒的主要香气组分及含量的分析测定对于指导葡萄酒生产过程控制和提高葡萄酒风味质量具有重要意义。以采用正交试验、静态顶空-气相色谱法研究了样品量、平衡温度、平衡时间、离子强度等影响因子对静态顶空-气相色谱测定葡萄酒中香气物质的影响, 选择了最佳的分析条件, 用酒样标准加入法对葡萄酒中香气成分进行定量。结果表明, 该方法不仅在质量浓度范围内有良好的线性关系, 而且稳定性好、准确度高、成本低、是适宜推广的测定葡萄酒中主要香气成分的方法。

关键词:静态顶空; 葡萄酒; 香气成分

中图分类号: O657.7 文献标识码: A 文章编号: 0254-5071(2009)05-0147-05

Determination of principal aroma components in wine by static headspace-gas chromatography

LEI Anliang^{1,2}, ZHONG Qiding², GAO Hobo², ZHANG Hui³, LIU Changjiang¹, XIONG Zhenghe²

(1. College of Food Science and Technology, Shenyang Agriculture University, Shenyang 100161, China; 2. China National Research Institute of Food & Fermentation Industries, Beijing 100027, China; 3. COFCO Wines & Spirits Co., Ltd., Beijing 100005, China)

Abstract: Aroma compounds can reflect the wine quality and manufacturing technique, Analyzing aroma compounds in wines can be used to control wine production process and improve wine quality. In this paper, a rapid and simple method which applying static headspace coupled with capillary gas chromatography was developed for determining the aroma components in wine. The determination conditions including incubation time, sample volume, incubation temperature, incubation time and salt concentration were further optimized. The method was characterized by the good linearity within range of mass concentration, satisfactory recoveries, good stability, high precise and low cost, which could be used in the determination of main aroma components of wine in practical production.

Key words: static headspace; wine; aroma components

香气是评判葡萄酒品质的一个重要感官指标, 葡萄酒香气物质的种类、含量、感觉阈值及其相互作用直接影响葡萄酒的质量^[1]。葡萄酒的香气复杂多样, 分属不同化学门类, 包括醇、酯、有机酸、挥发性酚、萜烯醇等。其中又以醇类、酯类、酸类含量较高, 这些主要的香气成分影响着葡萄酒的整体香气风格以及葡萄酒的品质^[2]。

葡萄酒中醇类香气物质除了乙醇外, 主要有正丙醇、正丁醇、异丁醇、戊醇、异戊醇、活性戊醇、辛醇、 β -苯乙醇等高级醇。高级醇的种类、浓度与葡萄酒的类型、口感、品质有很大关系(如异丁醇、异戊醇呈苦、涩味, 适量的异丁醇、异戊醇、正丙醇、赋予葡萄酒以醇厚感, β -苯乙醇具有浓郁的玫瑰花香味等)。葡萄酒中高级醇含量较低时对葡萄酒香气有益, 含量高时会给葡萄酒带来不愉快的口感^[3], 另外, 高级醇含量过高还对人体有毒害作用, 这一点已引起葡萄酒生产者和消费者的高度重视。

葡萄酒中酯类物质是酵母发酵的副产物, 酯类气味类似水果香气, 如香蕉、指甲油、酸味糖果等气味。葡萄酒中常见的酯类有甲酸乙酯、乙酸乙酯、丁酸乙酯、丙酸乙酯、

辛酸乙酯、癸酸乙酯、乳酸乙酯、琥珀酸二乙酯、乙酸苯乙酯等。乙酸异戊酯具有强烈的水果味, 似香蕉味、水果的酸甜味; 辛酸乙酯具有令人愉快的花果香味、杏子香气; 己酸乙酯具有强烈的菠萝、香蕉的香气^[4]。酯类物质在葡萄酒中除起到增香的作用外, 还可作为衡量葡萄酒质量和发酵工艺控制的指标之一, 比如高碳数脂肪酸酯(C_6 、 C_8 、 C_{10} 、 C_{12})的含量随发酵温度降低而增加, 低温发酵的葡萄酒有明显的肥皂味。乙酸含量可作为葡萄汁是否受到微生物污染的标志, 醇类、酯类风味物质含量低表明酿酒葡萄的含糖量不足等^[3]。综上所述, 葡萄酒香气成分在一定程度上反映了葡萄酒质量和生产工艺, 通过对葡萄酒的主要香气组分及含量的分析测定对于指导葡萄酒生产过程控制和提高葡萄酒风味质量具有重要意义^[5]。

葡萄酒中的香气物质的提取技术主要有液-液萃取(Liquid-Liquid Extraction)、静态顶空法(Static Headspace)、动态顶空法(Dynamic Headspace)、同时蒸馏萃取(Simultaneous distillation Extraction)、固相微萃取(Solid Phase Microextraction, SPME)等, 这些方法各有利弊, 提取方式的选择取决于香气研

收稿日期: 2008-12-11

基金项目: 国家科技“十一五”支撑计划重点项目(2006BAK02A17-1)

作者简介: 雷安亮(1982-), 硕士研究生, 研究方向为食品生物技术; 熊正河*, 教授, 通讯作者。

究目的和分析物质的特异性。静态顶空气相色谱(Static headspace gas chromatography)是在已达平衡的密闭容器中液体或固体的顶部空间取气态(或蒸气)样品,并与气相色谱结合对气态(或蒸气)样品进行分析的一种特殊的分析技术。静态顶空气态取样的主要优点是避免了在直接的进样测定时,复杂的样品基体成分一起被带入分析仪器系统的可能性,从而消除了由基体成分的带入而对样品中可挥发性成分的分析所造成的影响和干扰^[6-8]。由于此方法是吸取容器上部气体进行进样分析,能最大程度地表达葡萄酒体的香气特征。

静态顶空进样色谱分析技术广泛应用于啤酒生产过程质量控制。本文建立了静态顶空-气相色谱法测定葡萄酒香气成分。旨在提供兼顾稳定、高效、准确、成本低等适宜推广的香气分析方法,为葡萄酒生产过程控制提供基础性科学支撑。

本试验将静态顶空和气相色谱结合,以叔戊醇为内标,采用正交试验研究了样品量、平衡温度、平衡时间、离子强度等影响因子对静态顶空-气相色谱测定葡萄酒中香气物质的影响,选择了最佳的分析条件,用酒样增量法计算校正因子对葡萄酒中香气成分进行定量,该方法准确度高、稳定性好、成本低、适合在企业对葡萄酒中香气成分进行质量控制。

1 试验部分

1.1 仪器与设备

Agilent(6890型):美国安捷伦公司;氢火焰离子检测器(FID);Headspace 进样模块 Combi Pal 多功能自动进样器;法国 Alpha-Mos 公司;毛细管色谱柱(DB-Wax 50m × 0.25mm × 0.2μm):美国 J&W 公司。

1.2 材料与试剂

乙酸异戊酯、乙酸乙酯、甲酸乙酯、异丙醇、正丁醇、叔戊醇、异戊醇、正己醇、异丁酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、无水乙醇、乳酸乙酯标准品(色谱纯);NaCl(分析纯,汕头市西陇化工厂有限公司);葡萄酒酒样采购于超市。

1.3 试验方法

1.3.1 酒样的处理

取葡萄酒样品 5.0mL 入顶空瓶,加入 2gNaCl, 50μL 2% vol 叔戊醇内标溶液,压紧瓶盖密封。按照特定分析条件取其气体进行气相色谱测定。

1.3.2 色谱条件

DB-WAX(聚乙二醇键合交联固定相)熔融石英毛细管柱 30m × 0.32mm × 0.25μm(美国 J&W 公司);进样口温度:250℃,分流比:20:1;载气类型: N₂,流速:0.8mL/min;柱温采用程序升温:初温 50℃,保持 0min 后以 3.5℃/min 升至 200℃,保持 5min;检测器温度:250℃;氢气流量为 30mL/min,空气流量为 300mL/min,尾吹气流量为 20mL/min。

1.3.3 定性定量方法

采用香气成分标准物质的保留时间定性,酒样标准加入法定量。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

根据热力学和动力学原理分析可知,样品性质、样品量、平衡温度、平衡时间、离子强度是影响静态顶空色谱分析的主要因素^[9]。试验选择葡萄酒中香气物质代表性成分异戊醇、乙酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丁醇、正己醇、辛酸乙酯、糠醛、乙酸异戊酯等,研究静态顶空不同参数对香气成分的影响效果。选择影响因素较大的样品量、平衡时间、平衡温度、离子强度作为单因素进行试验。

2.1.1 样品量

顶空样品瓶中的样品量对静态顶空色谱分析具有一定影响,因为它直接决定气液两相的分配平衡^[10]。采用向 20mL 顶空瓶里添加 3mL、5mL、8mL 的同一浓度标准样品混标溶液,平衡时间 20min、平衡温度 50℃,按照 1.3.2 色谱条件进行测定,结果见图 1。随顶空瓶中样品量的增加,香气成分峰面积增大,样品量超过 5mL 时,大部分香气成分增加幅度并不是很大,而已酸乙酯随着样品量增加,峰面积反而降低。因此从试验需求和样品需求量综合考虑,采用 5mL 作为试验样品量。

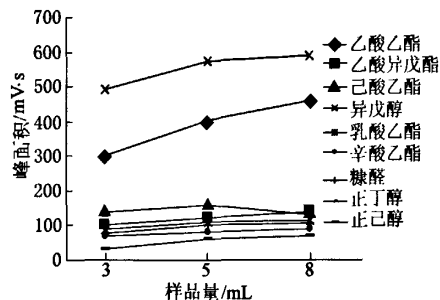


图 1 不同样品量下葡萄酒部分香气物质的提取效率

Figure 1. Extractive efficiency of aroma components with different sample volume

2.1.2 平衡温度

样品的平衡温度与蒸气压直接相关,且影响香气成分在气液两相中的分配系数。一般来说,温度越高,蒸气压越高,顶空气体的浓度越高,分析灵敏度就越高。平衡温度高对低沸点物质分析是有利的,它可以缩短平衡时间。但是过高的温度可能导致某些组分的分解和氧化(样品瓶中有空气),生成新的物质或者失去某些香气物质。所以,选择合适的平衡温度,对静态顶空色谱分析是极其重要的。试验选择 30℃、40℃、50℃、60℃ 4 个水平,在其他条件不变的情况下进行分析,结果(图 2)显示,升高温度可以增强香气成分的提取效果,从 30℃~50℃ 时,各香气成分峰面积随温度增幅较快,并大多在 50℃ 时达到顶峰,

虽然60℃时还有升高趋势,但增幅很小。正丁醇在50℃~60℃时呈下降趋势,可能是由于温度过高引发其成分改变。由于各香气成分物化性质不同,在不同的温度下的提取效率也各异。综合考虑到温度过高可能会引起葡萄酒香气物质发生变化,所以将50℃作为最佳平衡温度。

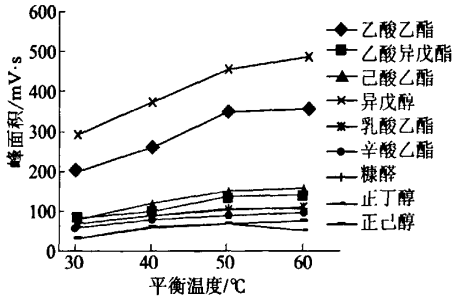


图2 不同平衡温度下葡萄酒中部分香气物质的提取效率
Figure 2. Extractive efficiency of aroma components in different incubation temperature

2.1.3 平衡时间

平衡时间取决于被测香气物质组分从样品基质到气相的扩散速度。扩散速度越快,分析扩散系数越大,所需平衡时间越少。在实际操作中,搅拌或振荡样品在一定程度上可减少平衡时间。由于样品的性质千差万别,固定的平衡时间不能适用于所有的样品分析,需通过试验,根据待测物的峰面积与平衡时间的关系确定具体的平衡时间,当样品达到平衡时,平衡时间的延长会使一些性质不稳定挥发性成分发生热分解、氧化等副反应^[11]。试验选取10min、20min、30min、50min 4个水平,样品量为5mL,固定其他条件下进行分析。结果(图3)可以看出,随着平衡时间增加,香气物质提取效率显著增加,但是平衡时间超过30min后,部分香气成分(如己酸乙酯、正丁醇)提取效率有下降趋势,糠醛、乙酸异戊酯在平衡时间20min时提取效率已达最高,平衡时间的持续增加对此2种香气成分提取变化不大。综合组分的萃取效率变化情况,选择30min为最佳平衡时间。

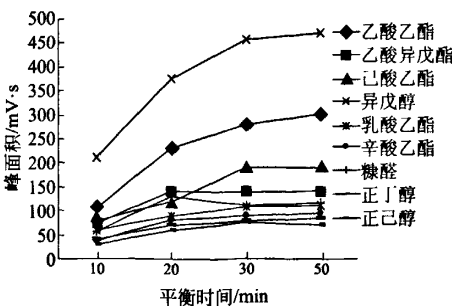


图3 不同平衡时间下葡萄酒部分香气物质的提取效率
Figure 3. Extractive efficiency of aroma components in different incubation time

2.1.4 离子强度

通常在顶空分析中添加无机盐(如氯化钠)增强溶液中的离子强度,改变挥发性组分的分配系数,有机物的非极性相对增强并使其在水溶液中的溶解度下降,有利于香气成分提取。但是NaCl的加入还会影响样品基质的黏度,降低分析物的扩散速度,产生盐的负效应。因此,需对添加NaCl进行优化选择。试验取5mL酒样、平衡时间30min、平衡温度50℃等条件下,添加0g、1.0g、2.0g、3.0g 4个质量梯度的NaCl进行香气成分的提取效率比较。结果(图4)可以看出,添加NaCl对醇类、酯类、醛类香气成分影响都较大,相比而言,添加NaCl对醇类物质的影响比酯类、醛类要大,参考文献[9]指出,盐析作用对于极性组分的影响远大于非极性组分,所以不同挥发性香气成分对添加盐的用量存在差异。在添加2.0g NaCl时,其大部分香气物质提取效率基本达到最佳效果,添加3.0g NaCl时其提取效率未有明显增高。试验最终确定NaCl的加入量为2.0g。

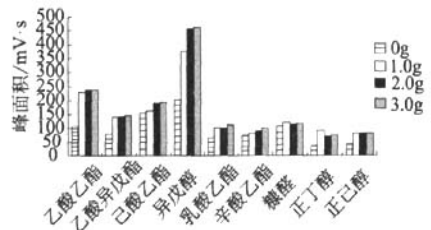


图4 不同NaCl添加量对葡萄酒部分香气物质的提取效率
Figure 4. Extractive efficiency of aroma components with different addition concentration of NaCl

2.2 正交试验

在单因素试验基础上,以顶空瓶中样品量、平衡温度、平衡时间、加盐量为考察因素,进行L₉(3⁴)正交试验,以各香气成分的峰面积之和作为参考指标,筛选最佳分析条件,试验结果见表1,方差分析见表2。

表1 优选提取条件的正交试验设计及结果

Table 1. Result of orthogonal design test					
试验号	A 顶空瓶 样品量/mL	B 平衡 温度/℃	C 平衡 时间/min	D 加盐 量/g	峰面积/ mV·s
1	1(3)	1(30)	1(30)	1(0)	315.68
2	1	2(50)	2(40)	2(2)	606.77
3	1	3(60)	3(50)	3(3)	874.22
4	2(5)	1	2	3	653.04
5	2	2	3	1	976.21
6	2	3	1	2	976.21
7	3(8)	1	3	2	648.69
8	3	2	1	3	851.75
9	3	3	2	1	445.23
均值1	199.63	179.21	238.52	127.97	
均值2	224.45	205.48	189.45	247.96	
均值3	216.19	255.07	212.64	264.33	
极差	24.82	75.36	49.07	136.36	

表2 方差分析表

Table 2. Result of variance analysis

因素	偏差平方和	自由度	F 比	F 临界值	显著性
A	8628.426	2	1.000	19.000	
B	79223.062	2	9.182	19.000	
C	32086.582	2	3.719	19.000	
D	299344.821	2	34.693	19.000	*
误差	8628.43	2			

注：“*”具有显著性。

根据极差分析,几种因素对香气成分提取效率的主次次序为加盐量 > 平衡温度 > 平衡时间 > 样品量,对这4个因素进行方差分析(表2)可知,加盐量具有显著性差异。实验结果直观分析可知,试验6为最佳试验条件组合,即 A₂B₃C₁D₂,虽然正交试验得出的最佳平衡温度为60℃,但是老虑到葡萄酒的香气成分比较复杂,平衡温度太高会导致部分不稳定的化合物之间发生反应,故造反平衡温度50℃、平衡时间30min、样品加入量为5mL、NaCl加入量为2g(浓度0.4g/mL)为最佳分析条件,采用此最佳条件组合进行验证试验,峰面积总和为983.56。

2.3 定性定量方法

2.3.1 标准曲线和线性回归方程的建立

葡萄酒是基质特别丰富的样品,所以采用静态顶空气相色谱分析方法测定其组分含量时,基体效应对测定结果有很大的影响,所以采用乙醇和水配制的系列梯度模拟酒样不适合作定量校正,而采用酒样添加不同浓度的标准样品溶液做线性回归方程比较准确。本试验以葡萄酒酒样为本底,分别添加梯度浓度的香气成分混标溶液及叔戊醇(内标)溶液,进样分析。以组分峰面积对内标物峰面积的比值为y,组分浓度与内标物浓度的比值为x做线性回归,计算各香气物质的回归方程和相关系数。试验结果显示,采用本方法时所测定的组分为0.5mg/L~5mg/L时具有良好的线性,回归系数>0.99,符合测定分析需要,结果见表3。

表3 部分葡萄酒香气成分线性范围、回归方程、相关系数

Table 3. Liner range, regression equation and correlation coefficient of aroma components in wine by HS-GC

化合物	线性范围/(mg·L ⁻¹)	回归方程(y)	相关系数(R ²)
乙酸乙酯	0.90~4.50	0.9758x + 0.5776	0.9976
乙酸异戊酯	0.87~4.36	8.4598x - 1.5011	0.9975
己酸乙酯	0.87~4.36	20.152x - 1.1583	0.9986
乳酸乙酯	1.03~5.15	3.1361x - 0.6921	0.9958
正己醇	0.81~4.06	0.1942x + 0.0642	0.9986
辛酸乙酯	0.88~4.39	30.128x + 11.951	0.9990
异戊醇	0.81~4.06	0.9758x + 0.5776	0.9976
正丁醇	0.81~4.05	0.9758x + 0.5776	0.9976

2.3.2 葡萄酒香气成分定量测定

葡萄酒中丰富的基质对各组分的定量产生较大的影响,所以选择酒样标准加入法测定各组分对内标相对校正因子(F值),采用内标法进行定量。具体步骤(1)取葡萄酒酒样8mL,加入一定量的叔戊醇内标溶液,并用葡萄酒酒样定容至10mL。取5mL按照最优操作条件进行气相色谱分析。得到酒样中的各组分的保留时间和峰面积。(2)配制一定浓度的混标溶液,包括乙醛、乙酸异戊酯、乙酸乙酯、甲酸乙酯、异丙醇、正丁醇、叔戊醇、异戊醇、正己醇、异丁酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯。(3)取酒样8mL,加入与(1)中同量的叔戊醇内标溶液,再加入一定量的标准稀释溶液,并用稀释过的葡萄酒样定容至10mL,混匀,取5mL按照优化操作条件进行气相色谱分析,得到加标酒样中的各组分的保留时间和峰面积。

$$F = (A \text{ 内标} / A \text{ 组分}) \times (s \text{ 组分} / s \text{ 内标})$$

$$A \text{ 组分} = (3) \text{ 中各组分的峰面积} - (1) \text{ 中各组分的峰面积}$$

$$A \text{ 叔戊醇} = (3) \text{ 中内标物的峰面积} - (1) \text{ 中内标物的峰面积}$$

$$S \text{ 组分} = \text{标准溶液中的组分的含量}$$

$$S \text{ 内标} = \text{标准溶液中的内标物的含量}$$

2.3.3 方法回收率和精密度

分别取5mL酒样加入到3个顶空瓶中,其中一份作为本底,加入50μL 2%叔戊醇内标溶液;另外2份分别加入不同体积的混标工作液,进样分析,回收率测定结果见表4。从表4可见,各香气物质加标回收率为79%~105%。

表4 回收率测定结果

Table 4. Result of recoveries in the sample

组分名称	葡萄酒中含量/(mg·L ⁻¹)			加入量/(mg·L ⁻¹)	葡萄酒中加标后测定组分含量/(mg·L ⁻¹)			回收率/%
	重复1	重复2	平均		重复1	重复2	平均	
正丁醇	4.21	5.13	4.67	8.10	10.31	10.23	10.27	80
异戊醇	255.97	267.37	261.67	162.60	415.41	422.44	413.42	97
正己醇	15.95	17.34	16.65	16.27	28.23	29.31	28.77	87
乙酸乙酯	67.06	63.21	65.13	90.06	142.31	138.31	140.31	90
乙酸异戊酯	2.21	3.13	2.67	4.36	4.92	6.21	5.57	79
己酸乙酯	136.41	140.23	138.32	132.29	256.34	233.32	244.83	90
乳酸乙酯	30.31	34.33	32.32	51.51	64.31	70.23	67.27	80
辛酸乙酯	8.31	10.32	9.32	8.78	15.12	14.98	15.05	83
糖醛	6.32	7.31	6.82	11.60	15.21	23.33	19.27	105

按照 2.3.2 葡萄酒样分析,取某一酒样进行精密度测定,结果见表 5。

表 5 精密度测定结果

香气物质	测定 1	测定 2	测定 3	测定 4	RSD/%
乙醛	2.81	2.99	3.01	2.93	3.02
乙酸异戊酯	0.64	0.64	0.71	0.59	7.30
乙酸乙酯	21.37	22.80	21.88	20.81	3.90
甲酸乙酯	0.39	0.44	0.40	0.40	5.78
异丙醇	21.02	23.33	22.51	20.89	5.39
正丁醇	2.21	2.35	2.37	2.49	4.80
异戊醇	269.28	292.00	260.32	265.99	5.11
正己醇	15.95	16.33	15.72	13.32	8.89
己酸乙酯	51.73	54.95	55.39	48.49	6.10
乳酸乙酯	10.75	13.62	11.51	10.36	12.57

表 5 中的数据是按照增量法所得到校正因子进行计算得到的,结果 RSD 大多数在 15% 以下,乙醛的测定精密度最好,达到 3.02%;己醇、己酸乙酯、乳酸乙酯的精密度相对较高,这可能与香气物质自身沸点较高有关。对于顶空进样系统而言,葡萄酒样品测定的精密度是良好的,可以满足正常的试验测定要求。

2.4 葡萄酒样品分析

取葡萄酒酒样 5mL,加入 2gNaCl,50 μ L 2% 叔戊醇内标溶液,则该样品中叔戊醇含量为 161.18mg/L,按照优化条件进行分析,则组分含量可按以下计算:

$$\text{组分含量(mg/L)} = (\text{A 组分/A 内标}) \times \text{F 组分} \times 161.18\text{mg/L}$$

选取几种葡萄酒样品进行分析,其主要香气成分含量见表 6。

表 6 部分葡萄酒香气成分含量

香气成分	W-01	W-02	W-03	W-04	W-05	W-06	W-07	W-08	W-09
乙醛	1.102	1.500	3.700	0.639	0.735	0.943	0.505	2.299	0.867
甲酸乙酯	0.389	0.346	0.214	0.303	0.145	0.333	0.141	0.649	0.273
乙酸乙酯	25.591	4.671	37.057	15.358	14.985	21.579	14.781	11.705	16.856
异丁酸乙酯	0.483	0.709	0.480	0.365	0.504	0.242	0.245	0.529	0.453
丁酸乙酯	0.473	0.998	0.494	0.512	0.804	0.376	1.302	0.532	0.638
乙酸异戊酯	0.540	0.211	0.561	0.384	0.256	0.360	0.637	0.252	0.495
正丁醇	0.834	0.727	1.688	0.766	0.780	ND	1.083	0.620	0.522
异戊醇	294.60	403.42	189.61	280.90	189.51	176.90	215.43	112.89	255.97
己酸乙酯	78.561	136.414	51.734	68.397	314.983	67.124	98.299	384.873	111.272
乳酸乙酯	11.266	12.189	10.748	11.853	13.613	12.3324	20.056	5.312	16.603
正己醇	3.543	15.952	3.587	6.341	8.481	3.461	7.492	2.749	4.470
糠醛	7.369	12.796	4.853	6.416	29.545	6.296	9.220	36.101	10.437

注:“ND”为未检出。

4 结论

利用静态顶空技术并结合气相色谱分析,建立了适合葡萄酒中主要香气组分的定性、定量分析方法。

4.1 对静态顶空-气相色谱测定葡萄酒中主要香气物质的主要影响因素进行了优化和评估,通过正交设计确定平衡温度 50 $^{\circ}$ C、平衡时间 30min、样品加入量为 5mL、NaCl 加入量为 2g(浓度 0.4g/mL)为最佳静态顶空分析条件。

4.2 建立的静态顶空-气相色谱测定葡萄酒香气成分的方法重复性良好、多数香气成分为 0.5mg/L ~ 5mg/L,具有良好的线性(相关系数为 0.99)。

4.3 采用酒样增量法计算校正因子对香气成分进行定量,排除酒样基质影响,测定结果准确性高。由于本方法准确度高、稳定性好、成本低、自动化程度高,可作为葡萄酒生产控制和批量分析中推广应用。

参考文献:

- [1] 李记明,宋长冰,贺普超.葡萄与葡萄酒芳香物质研究进展[J].西北农业大学学报,1998,26(5):105-109.
- [2] 李华,陶永胜,康文怀,等.葡萄酒香气成分的气相色谱分析研究

进展[J].食品与生物技术学报,2006(1):99-102.

- [3] 程幼松.顶空固相微萃取-气相色谱法测定葡萄酒的风味组分[J].中外葡萄与葡萄酒,2003(2):19-21.
- [4] EUGENIO R, JOSE-MARIA R, MATIN - ORTEGA G. Comparison of several procedures used for the extraction of anthocyanins from red grapes [J]. *Agr Food Chem*, 1998, 46(11): 592-597.
- [5] 甄会英,王 颀.气相色谱外标法测定葡萄酒中的高级醇[J].中外葡萄与葡萄酒,2005(1):12-15.
- [6] 王永华.顶空气相色谱分析原理与技术[J].中国环境监测,2006,22(2):7-12.
- [7] 王昊阳,郭寅龙,张正行,等.顶空-气相色谱法进展[J].分析测试技术与仪器,2003(3):129-135.
- [8] 王昊阳,郭寅龙.自动化静态顶空-气相色谱-质谱对天然香精中挥发性化学成分的快速分析[J].分析测试学报,200423(1):9-13.
- [9] 刘虎威.气相色谱方法及应用[M].北京:化学工业出版社,2000.
- [10] KOLB. B. Headspace sampling with capillary columns [J]. *J Chromatography A*, 1999, 842(1+2): 163-205.
- [11] NEU HJ, ZIEMER W, MERZ W. A novel derivatization procedure for the determination of traces of polar organic compounds in water using static headspace gas chromatography [J]. *J Anal Chem*, 1991, 340(2): 65-70.