

GC 法测定艾叶中有桉油精和龙脑含量

GC-173

摘要：本文参考 2020 年版《中国药典》的相关条件，采用岛津公司的 Nexis GC-2030 气相色谱仪，对艾叶中桉油精和龙脑含量进行测定。实验结果显示：在本方法中，龙脑峰理论塔板数为 600629，符合系统适应性要求；标准品溶液重复进样 6 次，桉油精峰面积 RSD% 为 1.66%，龙脑峰面积 RSD% 为 1.04%，仪器精密度良好；以外标法定量，艾叶中桉油精含量为含桉油精 0.192%，含龙脑 0.020%，符合药典规定。

关键词：气相色谱仪 艾叶 桉油精 龙脑

艾叶为菊科植物艾的干燥叶，其挥发油是艾叶主要药效物质基础，具有止咳、平喘、祛痰、消炎的作用，临床常用于治疗慢性支气管炎、肺气肿、支气管哮喘等疾病。挥发油主要含桉油精、龙脑、丁香酚等多种化学成分。艾叶挥发油的主要提取方法为水蒸气蒸馏法、超临界 CO₂ 萃取法、石油醚提取法等。

水蒸气蒸馏法提取的成分以小分子的挥发性萜类化合物为主；超临界 CO₂ 萃取法提取成分以长链酯类化合物为主；石油醚提取法则得到大量的芳香族化合

物。艾叶油的成分复杂，且各成分含量随产地及提取方式的不同有很大差异，桉油精和龙脑等普遍含量较高，2020 年版《中国药典》中《艾叶》【含量测定】采取水蒸汽蒸馏法测定艾叶中的桉油精和龙脑含量。

本文参照 2020 年版《中国药典》中《艾叶》【含量测定】中相关条件，采用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030（配 FID 检测器）对艾叶中的桉油精和龙脑含量进行测定。该方法具有良好的稳定性，重复性高，测定结果满足 2020 年版《中国药典》的相关要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

Nexis GC-2030 气相色谱仪

1.2 分析条件

GC 条件：

色谱柱：SH-Rtx-50 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)

柱温程序：45°C _ 2°C/min _ 75°C (5 min) _ 1°C/min _ 90°C (6 min) _ 5°C/min _ 150°C _ 10°C/min _ 250°C (5 min)

载气：N₂

流速控制方式：恒流速方式

流速：0.6 mL/min

进样方式：分流进样

分流比：5 : 1

进样口温度：240°C

检测器：FID

检测器温度：250°C

空气：200 mL/min

氢气：32 mL/min

尾吹气流量：15 mL/min

■ 样品处理

样品前处理步骤见图 1 所示。

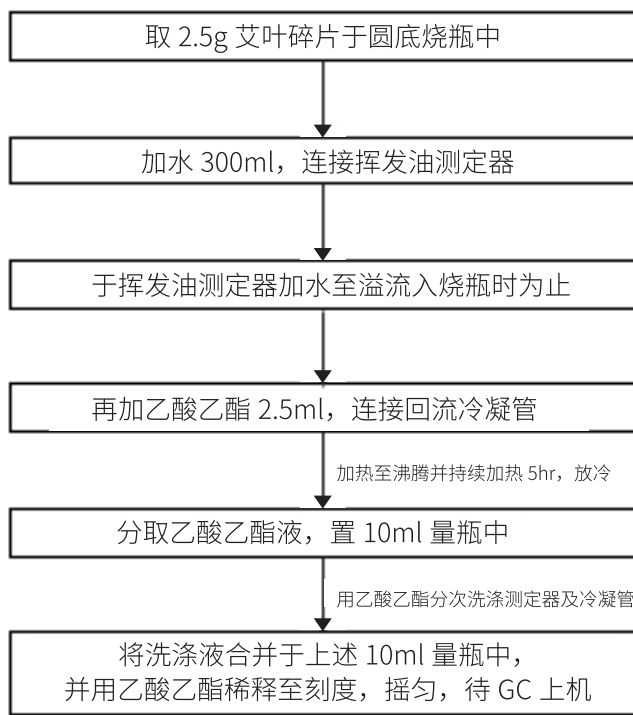


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 系统适用性试验

以乙酸乙酯为溶剂，配制桉油精浓度为 0.2 mg/mL、龙脑浓度为 0.1 mg/mL 的混合溶液作为对照品溶液，按 1.2 中分析条件进行测定，色谱图见图 2，龙脑理论塔板数为 600629，符合系统适用性要求（艾叶含量测定项下系统适用性试验以龙脑计不低于 50000）。相关化合物信息见表 1。

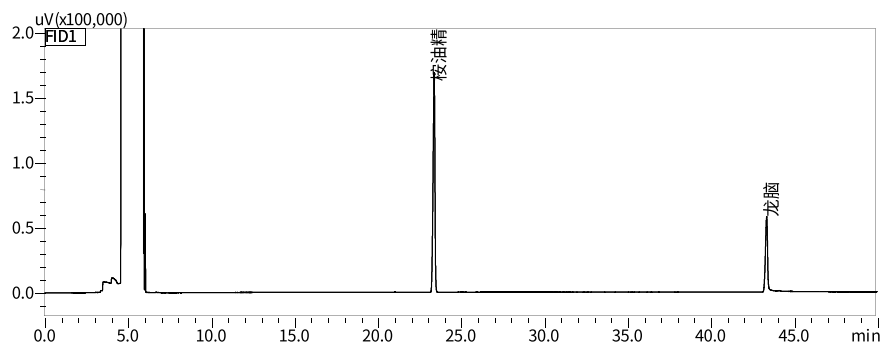


图 2 对照品色谱图

表 1 化合物信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	桉油精	Eucalyptol	470-82-6	23.34
2	龙脑	Borneol	507-70-0	43.28

3.2 专属性试验

取空白溶剂（乙酸乙酯）1 μL 进行测定，色谱图如图 2 所示。空白溶剂桉油精和龙脑出峰位置无明显色谱峰，不干扰含量测定。

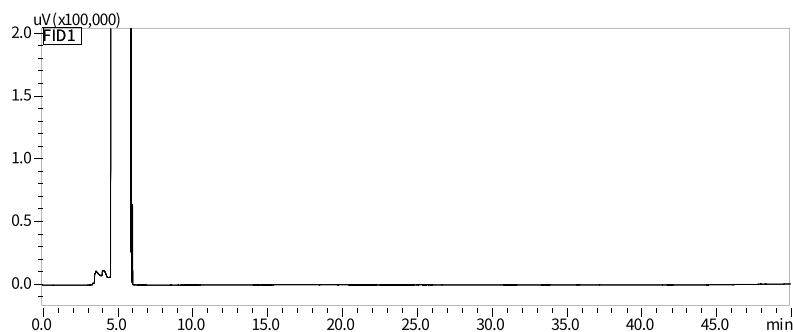


图 3 空白溶剂色谱图

3.3 标准曲线和检出限

精密量取桉油精和龙脑混合标准溶液适量，用乙酸乙酯为溶剂配制桉油精 0.02、0.04、0.1、0.2、0.4 和 1 mg/mL，龙脑 0.01、0.02、0.05、0.1、0.2 和 0.5 mg/mL 的系列标准品溶液，上机分析。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线，如图 3 所示。以最低浓度标液数据，以 3 倍信噪比（RMS）计算桉油精和龙脑检出限，各化合物检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

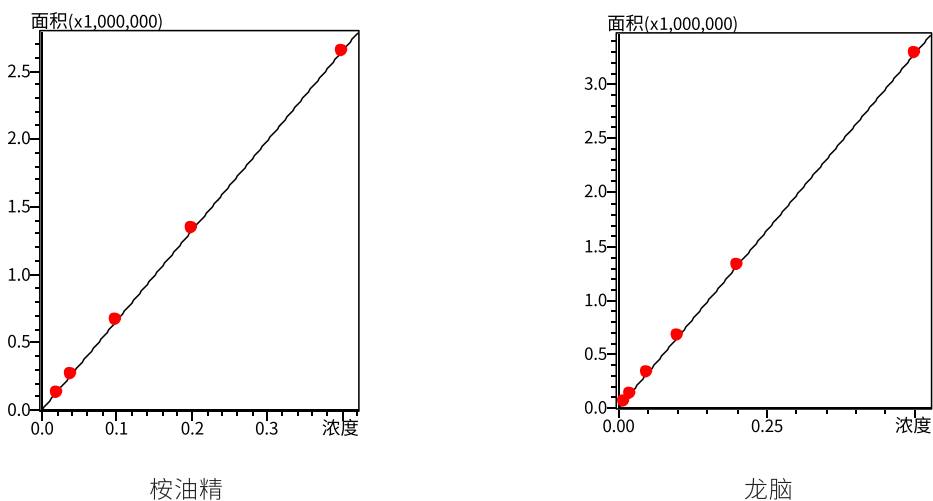


图 3 标准曲线

表 2 各组分相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数 (R)	检出限 (mg/mL)
1	桉油精	0.9999	0.0002
2	龙脑	0.9999	0.0002

3.4 重复性实验

按照 1.2 分析条件, 取最低浓度标准品溶液 (桉油精 0.02 mg/mL, 龙脑 0.01 mg/mL), 重复进样 6 次, 考察仪器重复性, 测定结果见表 3。桉油精峰面积 RSD% 为 1.66%, 龙脑峰面积 RSD% 为 1.04%。Nexis GC-2030 气相色谱仪具有良好的重复性。

表 2 各组分相关系数及检出限

No.	组分名称	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	RSD%
1	桉油精	133024	133416	128813	130260	128546	129080	1.66
2	龙脑	64675	64737	63215	64111	63266	63760	1.04

3.5 艾叶样品测试

取艾叶按图 1 步骤进行前处理, GC 上机分析。供试品谱图如图 4 所示, 以外标法计算供试品含量, 含桉油精 0.192%, 含龙脑 0.020%, 符合药典规定 (本品按干燥品计算, 含桉油精不得少于 0.05%, 含龙脑不得少于 0.020%)。

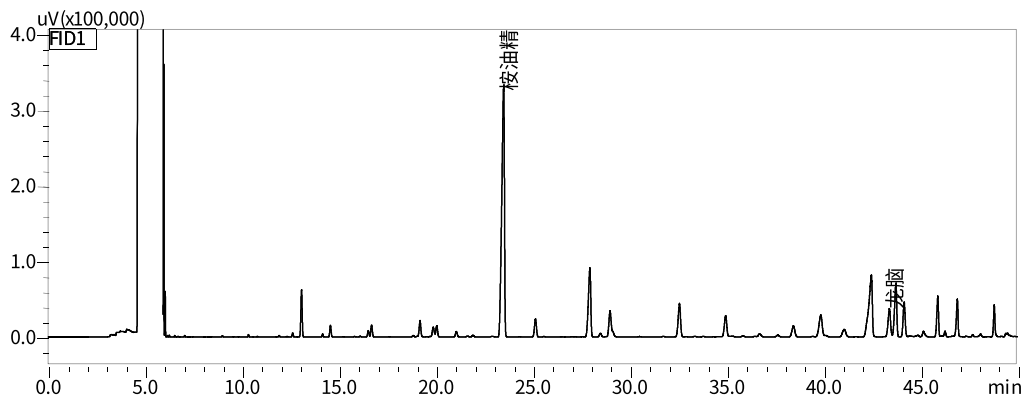


图 4 艾叶样品色谱图

■ 结论

本方法参考 2020 年版《中国药典》的相关条件, 采用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪检测艾叶中桉油精和龙脑含量进行测定, 实验结果表明系统适用性试验、专属性及精密度试验结果均满足桉油精和龙脑含量测定要求。本色谱系统可用于艾叶中桉油精和龙脑含量的测定。

岛津应用云

