气相色谱法测定市售艾草精油中桉油精与龙脑含量

GC-321

摘要： 本文利用配备氢火焰离子化检测器的气相色谱仪，建立了一种市售艾草精油（艾草精油与橄榄油混合物）中桉油精与龙脑含量的检测方法。本方法采用 SK-5 毛细管色谱柱对试样中的桉油精与龙脑进行气相色谱分离，外标法定量。通过系统的方法学验证，该方法线性关系良好，精密度、回收率均满足检测要求，目标物分离度良好，前处理操作简单，可用于市售艾草精油的日常质量控制。

关键词： 气相色谱法　艾草精油　桉油精　龙脑

技术特点：

❖ 前处理简便高效，无需复杂净化步骤

❖ 外标法定量，线性范围宽且相关性好

艾草精油是从艾叶中提取的挥发性活性成分，具有抗菌、抗炎、镇痛等多种药理活性，在日化、医药及保健产品中应用广泛。市售艾草精油常以橄榄油作为基底油进行稀释调配，以改善其使用体验与肤感。桉油精与龙脑是艾草精油中的核心活性成分，其含量是评价艾草精油质量的关键指标，直接影响产品的功效与品质。为实现市售艾草精油的质量管控，本研究建立了气相色谱检测方法，针对艾草精油与橄榄油的混合基质，优化了前处理与色谱分离条件，可实现对桉油精与龙脑的准确定量，为艾草精油产品的质量监管提供技术支撑。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro

1.2 分析条件

色　谱　柱：SK-5，30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱 温 程 序：50℃ (2 min)_4℃ /min_120℃ _30℃ /min_300℃ (9.5 min)

进 样 口 温 度：250℃

载气控制模式：恒压

检　测　器：FID

分　流　比：45:1

检 测 器 温 度：300℃

压　　力：77.6 kPa

进 样 方 式：分流进样

氢 气 流 量：40 mL/min

空 气 流 量：400 mL/min

尾 吹 气 流 量：30 mL/min

1.3 样品前处理

样品前处理步骤见图 1 所示。

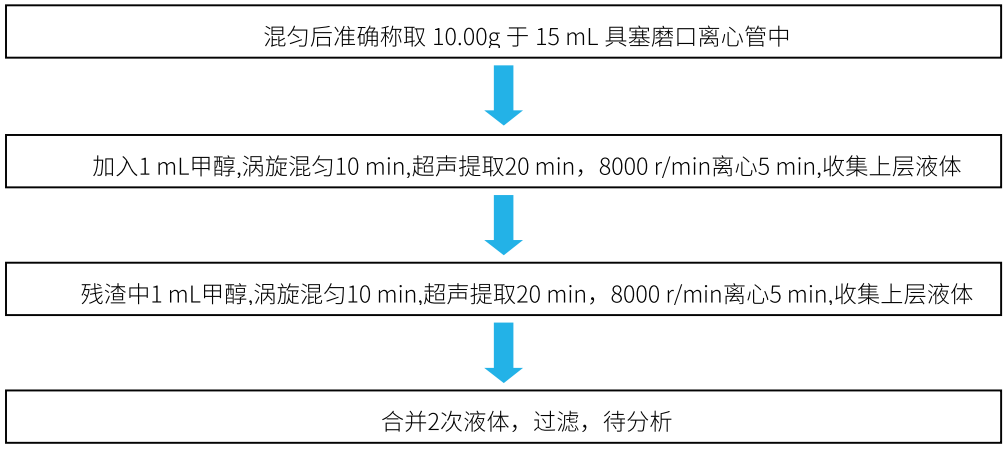


图 1　样品前处理流程

结果讨论

2.1 标准色谱图

桉油精和龙脑标准品色谱图和化合物信息分别见图 2 和表 1。

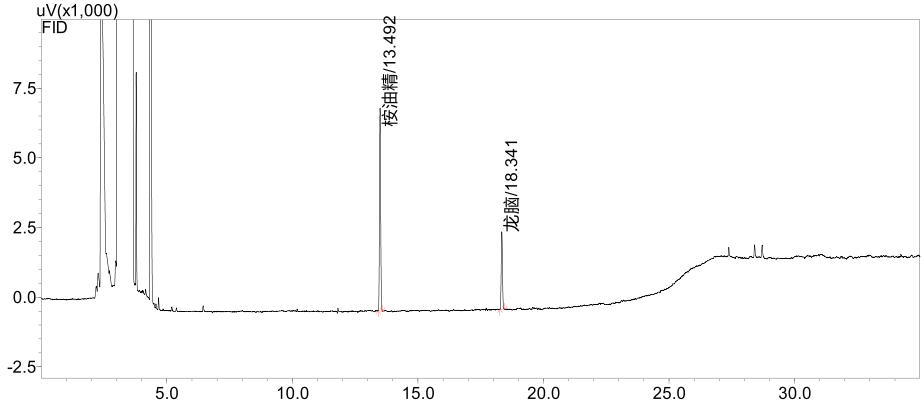


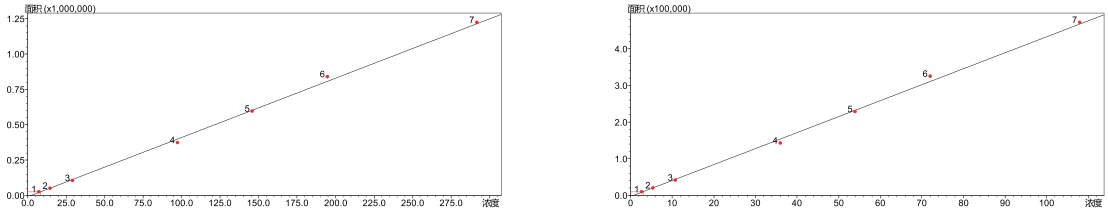
图 2　标样溶液色谱图（桉油精：7.3 mg/L；龙脑：2.7 mg/L）

表 1　化合物信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	桉油精	Eucalyptol	470-82-6	13.490
2	龙脑	Borneol	507-70-0	18.337

2.2 标准曲线和检出限

准确吸取适量桉油精龙脑混合标准溶液，使用甲醇稀释，配制成桉油精浓度为 7.3、14. 6、29.2、97.3、146、194.7 和 292 μg/mL 及龙脑浓度为 2.7、5.4、10.8、36、54、72 和 108 μg/mL 的标准系列溶液，上机测试后，分别以桉油精和龙脑浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，以外标法建立标准曲线，标准曲线见图 3。以桉油精浓度为 7.3 μg/mL，龙脑浓度为 2.7μg/mL 的标准品溶液数据计算得到仪器检出限 (S/N=3)，具体结果见表 2。



桉油精　　龙脑

图 3　目标组分标准曲线

表 2　标准曲线参数

No.	化合物名称	线性方程	相关系数 r	检出限 (μg/mL)
1	桉油精	Y = (4195.98)X + (-10057.6)	0.9991	0.19
2	龙脑	Y = (4360.16)X + (-3207.99)	0.9990	0.22

2.3 重复性考察

取桉油精浓度为 7.3 μg/mL，龙脑浓度为 2.7 μg/mL 的混合标准品溶液，连续进样分析 8 次，计算重复性，结果见图 4 和表 3。

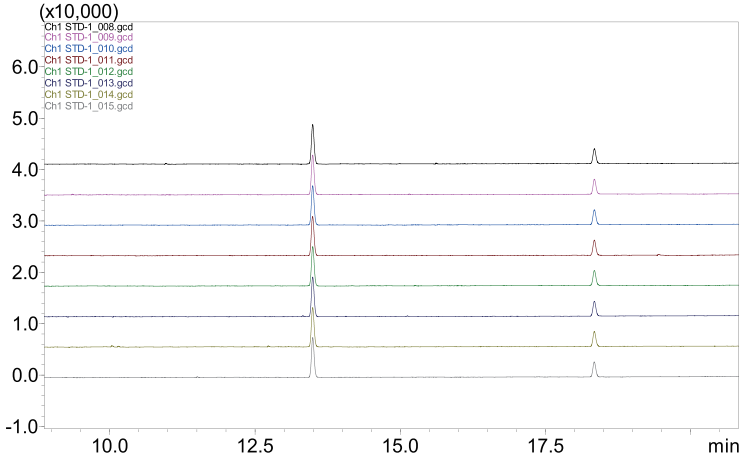


图 4　重复性实验色谱图

表 3　重复性实验结果（n=8）

No.	组分名称	峰面积								RSD（%）
		1	2	3	4	5	6	7	8	
1	桉油精	25743	25524	25395	25537	25498	25568	25383	25349	0.50
2	龙脑	10511	10305	10262	10412	10376	10288	10514	10279	0.99

2.4 样品结果及加标回收率测试

利用建立的分析方法，对某市售艾草精油进行分析。测定谱图及结果如下图 5 和表 4 所示。对实际样品进行加标回收实验，加标浓度为桉油精 2.19 μg/g，龙脑 0.81 μg/g，加标回收率分别为 97.4% 和 95.3%，加标样品测定回收率结果如表 5 所示。

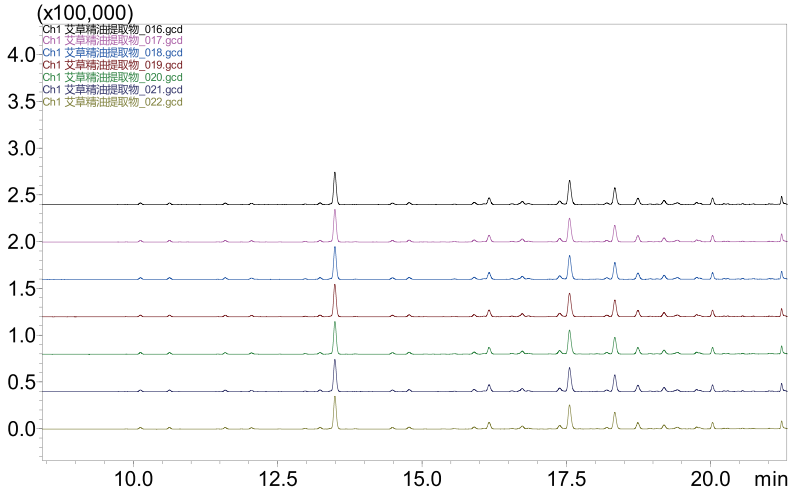


图 5　某市售艾草精油样品色谱图

表 4　某市售艾草精油样品测定结果

化合物名称	艾草精油中含量（μg/g）	RSD（%）
桉油精	6.007	0.43
龙脑	3.025	0.52

表 5　艾草精油样品加标测定结果

化合物名称	加标量（μg/g）	平均加标回收率（%）	RSD（%）
桉油精	2.19	94.4	1.5
龙脑	0.81	92.5	2.4

结论

本文建立了气相色谱法测定市售艾草精油中桉油精与龙脑含量的检测方法，采用 SK-5 毛细管色谱柱实现了目标物与橄榄油基质成分的良好分离，前处理操作简单。方法学验证结果表明，该方法线性关系良好，精密度、准确度、灵敏度均满足检测要求，可用于市售艾草精油（艾草精油与橄榄油混合物）的日常质量控制，为艾草精油产品的质量监管提供了可靠的技术支撑。

岛津应用云

岛津企业管理（中国）有限公司 –分析中心
Shimadzu (China) Co., LTD. – Analytical Applications Center