

艾叶中桉油精含量的测定

于永庆, 金 迁

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 供试品 (粉末), 加入正己烷回流提取, 取上层液注入用带有氢火焰检测器 (FID) 的气相色谱仪, 采用 RB-1 毛细色谱柱对试样中的桉油精浓度进行测定, 用外标法定量; 理论塔板数按桉油精峰计算为 114877 (>1000); 对照品溶液连续进样 6 次, 桉油精峰面积相对标准偏差为 1.77% ($<3\%$)。

关键词: 艾叶; 桉油精

1 执行标准

《2015 版中国药典第一部分 艾叶》

2 试剂及标准品

2.1 试剂

2.1.1 桉油精

2.1.2 正己烷, 色谱纯或优级纯。

3 试剂配制

3.1 对照品溶液配制

取桉油精对照品适量, 精密称定, 加入正己烷制成每 1mL 含 0.16mg 的溶液, 即得。

3.2 供试品溶液的配制

取艾叶粉末 (过三号筛) 2.5003g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入正己烷 25mL, 称定重量, 加热回流 1 小时, 放冷, 再称定重量, 用正己烷补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

4 使用仪器设备

- 1) 福立 GC9720 气相色谱仪, 配有氢火焰检测器 (FID)
- 2) 福立 FL1090B 自动进样器
- 3) RB-1/30m*0.32mm*0.25um 毛细柱
- 4) 天平, 精确至 0.0001g
- 5) 容量瓶: 25mL

5 测定

5.1 色谱条件

5.1.1 色谱柱：RB-1 石英毛细管柱，柱长 30m，内径 0.32mm，膜厚 0.25um

5.1.2 色谱柱温度：初始温度为 80°C，保持 1min，以 15°C/min 升至 130°C，再以 20°C/min 升至 250°C，保持 30min

5.1.3 检测器温度：260°C

5.1.4 进样口温度：250°C

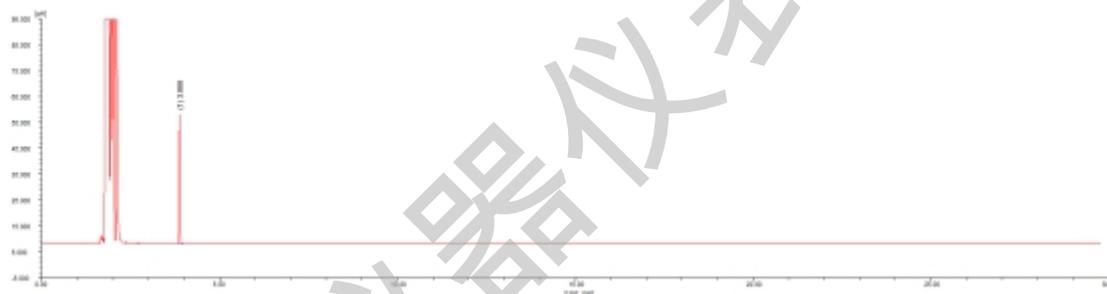
5.1.5 载气流量 (N₂)：1.5 mL/min

5.1.6 进样量：2.0 mL

5.1.6 分流比：40:1

5.2 系统适用性实验

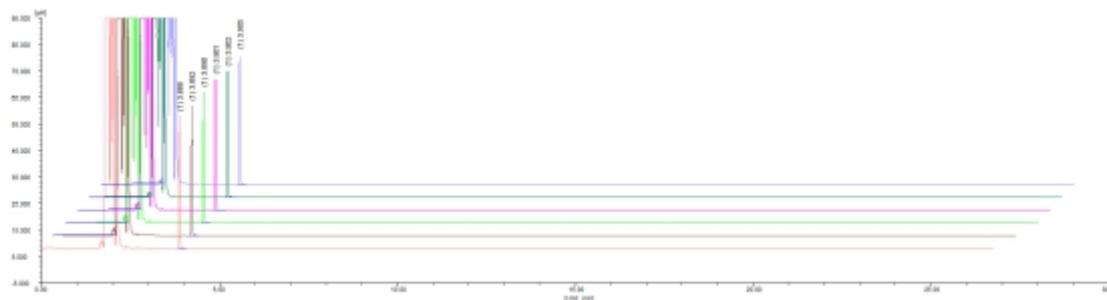
理论塔板数按桉油精计算为 114877 (>1000)，见下图：



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	桉油精	3.888	0.027	49989.4	89725.9	100.0000	100.0000
总计:				49989.4	89725.9	100.0000	100.0000

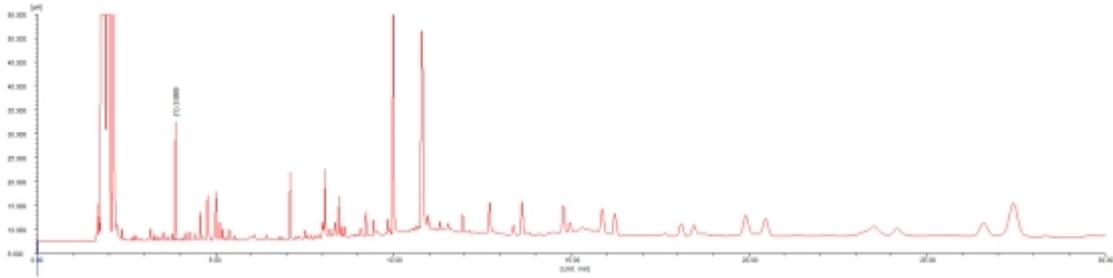
5.3 重复性实验

取对照品溶液连续进样 6 次，桉油精峰面积的相对标准偏差为 1.77% (<3%)，重复性谱图及结果见下图：

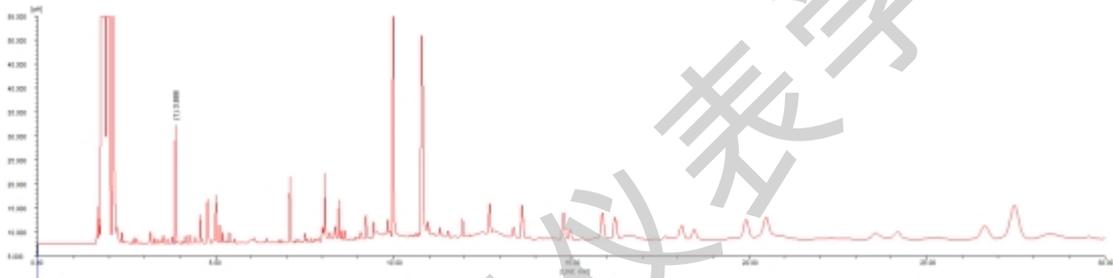


序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	桉油精	3.896	0.181	89632.8	0.5341	49063.9	1.7712	100.0000	0.0000	6

5.4 艾叶测试结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	桉油精	3.889	0.026	24834.3	42620.2	100.0000	0.0762
				总计:	24834.3	42620.2	100.0000 0.0762



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	桉油精	3.888	0.026	24598.7	42360.3	100.0000	0.0757
				总计:	24598.7	42360.3	100.0000 0.0757

附：色谱配置及主要试剂耗材清单

	分析项目	微量分析	
主机配置	 GC9720	控温范围：室温加 5°C~450°C，(以 0.1°C增量任设)	
		程序升温速率：0-120°C/min	
		程序升温 30 阶	
		快速降温：250~100°C≤1.5 分钟	
	温度稳定性：±0.1°C		
	氢火焰离子化检测器	最高使用温度：450°C 温控精度：±0.1°C	1 套

	FID (含板)	灵敏度 $\leq 3.0 \times 10^{-12} \text{g/s}$ [正十六烷]	
		自动点火	
	毛细进样系统	分流/不分流模式	1 套
	压力、流量传感器	压力控制范围: 0-90psi 程序升压 8 阶 流量控制范围: 0-600ml/min 程序升流 8 阶	
辅助进样系统	FL1090B 自动进样器		1 套
色谱柱	毛细色谱柱	SE-30 固定液 (30m \times 0.32mm \times 0.25 μm)	1 根
色谱工作站	反控工作站	FL9720 色谱工作站	1 套
气源	载气	高纯钢瓶氮气+减压阀 (钢瓶气用户自备)	1 套
	燃气	高纯钢瓶氢气+减压阀/氢气发生器 (钢瓶气用户自备)	1 套
	助燃气	无油空气发生器	1 台
净化器	气体净化器	GPI-2 气体净化器, 用于净化气体	1 套
其他	电脑、打印机	电脑带 232 串口端口、网线端口, 操作系统详见安装环境说明	1 套
	稳压电源	电压: 220V \pm 22V (不满足条件的用户必配), 功率 $\geq 2500\text{W}$	1 台
易耗品	备件包	免费提供安装调试所有备件、半年期易耗品	1 套
试剂与材料	桉油精	色谱纯或优级纯	1 套
	正己烷	色谱纯或优级纯	1 套
	容量瓶	25mL	若干