

不同方法提取薰衣草挥发油主要成分的 GC 测定

熊少姝¹, 赵文彬^{2,3*}, 陈韩英^{2,3} (1.新疆农五师医院, 新疆 博乐 833400; 2.新疆特种植物药资源教育部重点实验室, 新疆 石河子 832000; 3.石河子大学药学院, 新疆 石河子 832002)

摘要: 目的 GC 测定不同方法提取薰衣草挥发油中芳樟醇和乙酸芳樟酯的含量。方法 采用毛细管气相色谱法, 以间二硝基苯为内标, 采用 DB-5 弹性石英毛细管柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm), FID 检测器; 进样口温度为: 250 ℃, 分流比 20:1, 流量: 1.0 mL·min⁻¹, 检测器温度: 220 ℃; 程序升温: 110 ℃保持 3 min, 以 10 ℃·min⁻¹ 升至 130 ℃保持 4 min, 然后以 20 ℃·min⁻¹ 升至 250 ℃保持 1 min。结果 在该色谱条件下, 芳樟醇、乙酸芳樟酯及内标物间二硝基苯均得到良好的分离; 测得超临界 CO₂ 萃取的精油中芳樟醇的含量为 38.02%, 乙酸芳樟酯的含量为 34.24%, 而通过水蒸气蒸馏法提取的精油中芳樟醇的含量为 59.09%, 乙酸芳樟酯的含量为 18.14%。结论 本方法简便、准确、重复性好, 可用于不同提取方法提取的薰衣草挥发油的质量控制。

关键词: 气相色谱法; 薰衣草挥发油; 芳樟醇; 乙酸芳樟酯; 含量测定

中图分类号: R917.101 文献标志码: B 文章编号: 1007-7693(2011)10-0920-04

Content Determination of the Essential Oil from Lavender with Different Extraction Methods by GC

XIONG Shaoshu¹, ZHAO Wenbin^{2,3*}, CHEN Hanying^{2,3} (1.The Agriculture-five Hospital of Xinjiang, Bole 833400, China; 2.Key Laboratory of Xinjiang Endemic Phytomedicine Resources, Shihezi 832002, China; 3.School of Pharmacy, Shihezi University, Shihezi 832002, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine the linalyl acetate and linalool content in the essential oil from lavender with different extraction methods by GC. **METHODS** The capillary GC system consisted of a DB-5 capillary column(30 m×0.25 mm, 0.25 μm), and meta-dinitro-benzene was used as an internal standard. The detector was FID; inlet temperature was 230 ℃; split ratio was 20:1; the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹; the detector temperature was 250 ℃. The inlet temperature programmed was 110 ℃ and kept for 3 min; programmed from 110 ℃ to 130 ℃ at 10 ℃·min⁻¹ and kept for 4 min, and then programmed to 250 ℃ at 20 ℃·min⁻¹ and kept for 1 min. **RESULTS** Linalool, linalyl acetate and the internal standard were separated in the chromatographic condition. The linalool content from the supercritical CO₂ extract in the volatile oil was 38.02%, the linalyl acetate content was 34.24%, the linalool content from the steam distillation extract in the volatile oil was 59.09%, the linalyl acetate content was 18.14%. **CONCLUSION** The method is accurate, selectivity, and can be used as quality control for the lavender oil extracted with different methods.

KEY WORDS: GC; lavender oil; linalool; linalyl acetate; content determination

薰衣草油为唇形科(Lamiaceae)植物薰衣草 *Lavandula angustifolia* Miller 的新鲜开放花序经水蒸气蒸馏提取的挥发油, 具有镇静、抗抑郁、助睡眠、助消化、驱风等多重功效, 是芳香疗法中的主要药物之一, 其主要有效成分为芳樟醇和乙酸芳樟酯等芳香族化合物, 已被《欧洲药典》、《英国药典》等多国药典收载。新疆伊犁主要种植品质最好的欧洲狭叶薰衣草, 占全国产量 90%以上, 已列入世界八大知名品种之一, 是中国的薰衣草之乡, 提取的精油品质高, 气味纯正, 芳香持久^[1-2]。本实验采用气相色谱法测定不同提取法得到的薰

衣草精油中芳樟醇和乙酸芳樟酯的含量, 为薰衣草精油的质量控制研究与开发提供一种快速有效的测试方法。

1 仪器与材料

1.1 仪器

PE Clarus 500 气相色谱仪(美国 PerkinElmer); AR-2140 型电子天秤(瑞士梅特勒-托利多公司)。

1.2 材料

薰衣草(依帕尔汗香料科技发展有限公司, 批号: 2000/08/06), 经新疆石河子大学药学院王金辉教授鉴定为薰衣草 *Lavandula angustifolia* Miller 的

基金项目: 新疆生产建设兵团医药专项(2007GG29)

作者简介: 熊少姝, 女, 硕士, 副主任药师 Tel: 15309901768
实验师 Tel: 13677561230 E-mail: zhaowenbin926@sina.com

E-mail: blxiongss@sina.com

*通信作者: 赵文彬, 女, 硕士, 高级

新鲜开放花序; 芳樟醇标准品(中国药品生物制品鉴定所, 批号: 111503, 纯度 97%); 乙酸芳樟酯标准品(德国 Dr.Ehrenstorfer, 批号: 1001623, 纯度 99.0%); 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 水蒸气蒸馏法^[2] 称取薰衣草, 加水适量浸泡润湿后用挥发油提取装置回流提取, 30 min 后收集提取液。重复操作 3 次, 合并提取液并分取油层, 密封保存标记为薰衣草挥发油 1。

2.2 超临界 CO₂ 萃取法^[2-5] 设定分离釜 I 的压力为 7~8 MPa, 温度为 40 ℃。分离釜 II 的压力为 5~6 MPa, 温度为 35 ℃。称取薰衣草 100 g, 装入 2 L 萃取罐内, 按下列工艺流程萃取, 收集分离釜 I 和分离釜 II 的提取液, 处理之后记为薰衣草挥发油 2。

CO₂ 钢瓶→冷却系统→高压泵→萃取釜→分离釜 I→分离釜 II(循环), 实验表明: 萃取温度 45 ℃、萃取压力 22 MPa、CO₂ 的流量 25 mL·h⁻¹、萃取时间 1 h, 薰衣草精油萃取率最高, 为最佳萃取条件。

2.3 色谱条件

毛细管柱: DB-5(30 m×0.25 mm, 0.25 μm); 进样口温度: 250 ℃; 分流比 20:1; 流量: 1.0 mL·min⁻¹; 压力: 4.62×10⁴ Pa; FID 检测器; 加热器温度: 220 ℃; 氢气流量: 30.0 mL·min⁻¹; 空气流量: 450 mL·min⁻¹; 载气: 氮气, 流速 1 mL·min⁻¹; 进样量: 1 μL。

程序升温: 110 ℃保持 3 min, 以 10 ℃·min⁻¹ 升至 130 ℃保持 4 min, 然后以 20 ℃·min⁻¹ 升至 250 ℃保持 1 min。

2.4 溶液制备

2.4.1 标准品溶液的制备 取芳樟醇标准品 96.3 mg 于 10 mL 量瓶中, 用氯仿定容至刻度, 得浓度为 9.63 mg·mL⁻¹ 的芳樟醇标准品溶液。取乙酸芳樟酯标准品 148.1 mg 于 10 mL 量瓶中, 用氯仿定容至刻度, 得浓度为 14.8 mg·mL⁻¹ 的乙酸芳樟酯标准品溶液。

2.4.2 内标物溶液的制备 精密量取内标物间二硝基苯 249.8 mg 于 25 mL 量瓶中, 用氯仿定容至刻度, 浓度为 9.992 mg·mL⁻¹。

2.4.3 供试品溶液的制备 精密量取挥发油 1 和挥发油 2 各 10 mg 分别加于 10 mL 量瓶中, 各加入内标 1 mL, 氯仿定容至刻度, 分别记为供试品

1 和供试品 2。

2.5 专属性试验

取“2.4”项下标准品溶液(分别加入内标溶液 1 mL)及供试品溶液, 按“2.3”项下条件进样测定, 结果见图 1。该色谱条件下, 芳樟醇、乙酸芳樟酯及内标物间二硝基苯均得到良好的分离。

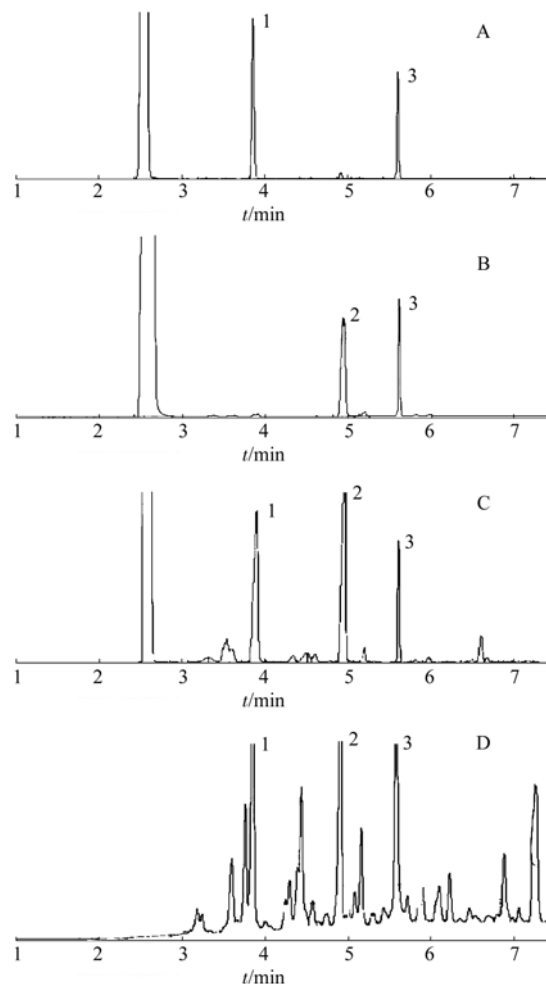


图 1 气相色谱图

A-芳樟醇标准品; B-乙酸芳樟酯标准品; C-供试品 1; D-供试品 2;
1-芳樟醇; 2-乙酸芳樟酯; 3-内标

Fig 1 GC chromatogram

A-linalool control; B-linalyl acetate control; C-sample 1; D-sample 2;
1-linalool; 2-linalyl acetate; 3-internal standard

2.6 含量测定

2.6.1 线性关系考察 分别取芳樟醇标准品溶液 150, 300, 450, 600, 750, 900 μL 于 5 mL 量瓶中, 再精密量取乙酸芳樟酯标准品溶液 100, 200, 300, 400, 500, 600 μL, 均加内标 0.5 mL, 氯仿定容至刻度, 取 1 μL 进行测定。以芳樟醇或乙酸芳樟酯与内标的峰面积之比为纵坐标, 以浓度为横坐标做标准曲线, 结果芳樟醇标准曲线为 $Y=0.5645X+0.0402$, $r=0.9995$, 线性范围为 0.29~

1.73 mg·mL⁻¹; 乙酸芳樟酯的标准曲线为 $Y=1.0651X-0.0532$, $r=0.9949$, 线性范围为 0.30~1.78 mg·mL⁻¹。

2.6.2 仪器精密度试验 精密吸取“2.4.1”项下的标准品溶液 1 μL, 重复进样 6 次, 按“2.3”项下色谱条件测定, RSD 分别为 1.79%, 1.26%, 表明仪器的精密度良好。

2.6.3 重复性试验 取 5 份挥发油 1 和挥发油 2, 每份精密量取 10 mg 于 10 mL 量瓶中, 加入内标溶液 1 mL, 氯仿定容至刻度, 作为混合供试品溶液。取 1 μL 进样, 按“2.3”项下色谱条件测定, 芳樟醇和乙酸芳樟酯含量的 RSD 分别为 2.20%, 3.20%。

表 1 加样回收率试验($n=6$)

Tab 1 Results of recovery test($n=6$)

样 品	原有量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
芳樟醇	1.912	1.541	3.511	103.8	101.1	2.78
	1.914	1.541	3.498	102.8		
	1.912	1.926	3.910	103.7		
	1.910	1.926	3.853	100.9		
	1.908	2.311	4.173	98.0		
	1.911	2.311	4.169	97.7		
乙酸芳樟酯	1.722	1.421	3.185	103.0	103.0	1.32
	1.726	1.421	3.173	101.8		
	1.725	1.776	3.579	104.4		
	1.731	1.776	3.551	102.5		
	1.727	2.131	3.882	101.1		
	1.727	2.131	3.875	100.8		

2.6.6 样品含量测定 精密吸取“2.4.3”项下供试品溶液 3 份, 按“2.3”项下色谱条件进样, 结果供试品 1 中芳樟醇和乙酸芳樟酯的平均含量分别为 59.09%, 18.14%, RSD 分别为 3.65%, 1.03%。供试品 2 中芳樟醇和乙酸芳樟酯的平均含量分别为 38.02%, 34.24%, RSD 分别为 2.31%, 0.73%。

3 讨论

本研究利用气相色谱法对不同方法提取的薰衣草精油中的主要成分进行含量测定, 方法可行, 精密度、重复性良好, 可用于薰衣草精油及其制剂的质量控制。实验测得超临界 CO₂ 萃取的精油中芳樟醇的含量为 38.02%, 乙酸芳樟酯的含量为 34.24%, 而通过水蒸气蒸馏法提取的精油中芳樟醇的含量为 59.09%, 乙酸芳樟酯的含量为 18.14%。通过超临界 CO₂ 萃取的精油和水蒸气蒸馏法提取的精油中芳樟醇和乙酸芳樟酯的含量有差别, 水

2.6.4 稳定性试验 取“2.6.3”项下混合供试品溶液 1 μL, 分别于 0, 2, 6, 8, 12, 24 h 进样, 按“2.3”项下色谱条件测定, 以芳樟醇和乙酸芳樟酯峰面积与内标峰面积的比值计算, RSD 分别为 2.73%, 1.23%, 结果表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.6.5 加样回收率试验 取“2.6.3”项下混合供试品溶液 6 份, 精密吸取 500 μL 置于 5 mL 量瓶中, 分别加入 500 μL 内标液, 加不同量的芳樟醇和乙酸芳樟酯标准溶液, 用氯仿定容至刻度。取 1 μL 进样, 按“2.3”项下色谱条件测定, 计算回收率, 结果见表 1。

蒸气蒸馏法提取的精油中芳樟醇含量较高, 分析其原因可能是乙酸芳樟酯通过水蒸气蒸馏易分解所致。

薰衣草精油的提取, 薰衣草品种繁多, 且各品种间精油成分及其含量的差异较大。通常薰衣草精油分布在整株植物中, 但花中含量最高, 因此薰衣草花的品种、生长年限、采收时间等都对薰衣草精油的产量有很大影响。目前从薰衣草中获得提取物的方法主要有传统的水蒸气蒸馏法、有机溶剂萃取法、超临界萃取法等。本研究为如何采用合理的工艺流程, 取得较高的出油率及相对应的检测方法, 提供了科学依据。

REFERENCES

- [1] ZHANG Q X, JIANG Y, ZHANG Z Q. The study on development of essential oil from Lavende [J]. Flavour Fragrance Cosmetic, 2006(6): 21-23.

- [2] WANG Y Q, SUN Y J, SHI X E. Chemical compoition and pharamcological activity of essential oil from Lavender [J]. World Notes Plant Med(国外医药 植物药分册), 2004, 19(1): 5-7.
- [3] ZHAO W B, CHEN H Y, XU Y H, et al. A study on extraction technology of Lavender volatile oils with supercritical carbon dioxide [J]. J Shihezi Univ(Nat Sci)(石河子大学学报: 自然科学版), 2009, 27(5): 633-635.
- [4] CHE Q Y, PANG H, LIAO B, et al. The extraction of volatile components of Lavender with supercritical carbon dioxide [J]. Chin J Chromatogr(色谱), 2005(3): 322-325.
- [5] GONG G M, XIAO Z B, ZHANG J, et al. Study on extraction of essential oil from Lavender with supercritical carbon dioxide [J]. Chin Wild Plant Resour(中国野生植物资源), 2007(1): 49-67.

收稿日期: 2010-12-31