

使用 Agilent J&W DB-WAX 超高惰性毛细管气相色谱柱对 薰衣草精油进行分析

应用简报

香精与香料

作者

Yun Zou
安捷伦科技有限公司
上海

摘要

使用 Agilent J&W DB-Wax 超高惰性气相色谱柱和 DB-Wax 气相色谱柱通过 GC/FID 和 GC/MSD 对薰衣草精油样品进行分析。分析鉴定出了三十六种主成分。DB-Wax 超高惰性气相色谱柱表现出与 DB-Wax 气相色谱柱相同的选择性。然而，DB-Wax 超高惰性气相色谱柱在复杂精油的活性化合物分析中具有更出色的峰形和更高灵敏度。

简介

薰衣草精油是应用最广泛的精油之一。这种精油常被添加在护发和护肤产品中，是香水中常用的一种香精成分。薰衣草精油也广泛应用于芳香疗法中，认为其具有镇静、防止肠胃胀气以及止腹痛的功效 [1]。这种精油通常含有 100 多种单一组分，其中许多含量少的成分常无法得到鉴定或定量分析。薰衣草精油通常含有高浓度的芳樟醇和乙酸芳樟酯以及中等浓度的薰衣草乙酸酯、松油烯-4-醇和薰衣草醇。1,8-桉叶素和樟脑的含量通常在较低水平至中等水平之间波动 [2]。不同供应商提供的相同品种薰衣草精油组成之间可能存在很大差异。其组成取决于种类、产地、土壤、天气条件、以及农夫和蒸馏人员的专业水平。由于市场价值较高，薰衣草精油经常通过掺假增大体积，或通过价格低廉的精油冒充以获利。通过化学分析对精油的表征是生产环节中的一个强制性步骤，分析常由研究人员以及质量控制实验室进行。



Agilent Technologies

多种气相分析技术可用于这些复杂精油的表征，其中包括 GC-FID、GC/MS、GCxGC 和 GC/TOF [3]。这些分析通常采用两根固定相不同的色谱柱，即一根低极性色谱柱和一根极性色谱柱来获得更可靠的定性和定量分析数据。Lynam 和 Smith 已成功采用非极性 Agilent J&W DB-1ms 超高惰性色谱柱对薰衣草精油进行了相关分析与指纹识别 [4]。本研究重点介绍了使用极性 Agilent J&W DB-Wax 超高惰性色谱柱通过 GC/FID 和 GC/MSD 分离薰衣草精油中的主成分。研究中还针对其选择性与精油分析中已得到广泛应用的 DB-Wax 色谱柱进行了比较。很久以前已经确立了 DB-Wax 色谱柱的保留指数 (RI)，示例请参见 Sadtler 标准气相色谱保留指数库集 (Sadtler 研究实验室，费城，1984)。

实验部分

样品

- **样品 1:** 薰衣草精油由上海绿洲源香精香料有限公司提供
- **样品 2:** ChromaDex 薰衣草精油 (RG, CAS 号: 8000280) 购自上海安谱科学仪器有限公司。规格说明中注明本品仅用于科研和定性分析

每种样品按 1:20 比例用购自北京百灵威科技有限公司的乙酸乙酯 (> 99.9%) 进行稀释，并使用 GC-FID 和 GC/MS 检测系统进行分析。

仪器

表 1 列出了仪器和分析条件，表 2 列出了流路消耗品备件。

表 1. 分析条件

参数	值
气相色谱系统	Agilent 7890B/5977A MSD 和配备 FID 的 Agilent 7890B
色谱柱	Agilent J&W DB-Wax UI, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 122-7032UI) Agilent J&W DB-Wax, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 122-7032)
自动进样器	Agilent 7683B 自动进样器和样品盘, 5 μL 进样针 (部件号 G4513-80213), 进样量 1 μL
载气	氦气, 恒流模式, 保留时间锁定: 右旋柠檬烯锁定于 8.450 min
进样口	分流/不分流, 250 °C, 分流比 200:1
柱温箱	52 °C (2 min), 以 5 °C/min 升至 80 °C (4 min), 再以 4 °C/min 升至 250 °C (1 min)
MSD	Agilent 5977A MSD
溶剂延迟	3.4 min
质谱温度	230 °C (离子源), 150 °C (四极杆)
传输线	250 °C
MS	EI, 扫描范围 40 – 400 amu

表 2. 流路备件

参数	值
样品瓶	棕色, 带书写签, 经认证, 2 mL, 螺口盖样品瓶套装 (部件号 5182-0554)
隔垫	不粘连 BTO 隔垫 (部件号 5183-4757)
柱螺帽	手拧式, 进样口/检测器 (部件号 5190-6194) 手拧式, 用于 MS 接口 (部件号 5190-5233)
密封垫	15% 石墨:85% Vespel, 短型, 0.4 mm 内径, 用于 0.1 - 0.25 mm 色谱柱 (10/包, 部件号 5181-3323)
衬管	带玻璃毛的安捷伦超高惰性分流衬管 (部件号 5190-2295)
进样口密封垫	超高惰性, 镀金, 带垫圈 (部件号 5190-6144)

结果与讨论

测试目的是评估 Agilent J&W DB-Wax 超高惰性色谱柱的性能，并比较 Agilent J&W DB-Wax 超高惰性色谱柱与 Agilent J&W DB-Wax 色谱柱对精油分析的选择性。

首先用 GC-FID 评估薰衣草精油样品，然后用 GC/MS 进行鉴定。图 1 和图 2 分别显示了薰衣草精油样品 1 和 2 的 GC-FID 色谱图。图 3 和图 4 分别显示了薰衣草精油样品 1 和 2 的总离子流色谱图。

如图 1 所示, J&W DB-Wax 超高惰性气相色谱柱能够对主成分实现充分分离, 并具有出色的峰形。图 2、3 和 4 证明了 DB-Wax 和 DB-Wax UI 气相色谱柱具有相同的选择性。这意味着将 DB-Wax

色谱柱升级到 DB-Wax UI 色谱柱时, 几乎无需进行方法开发或方法重新验证。

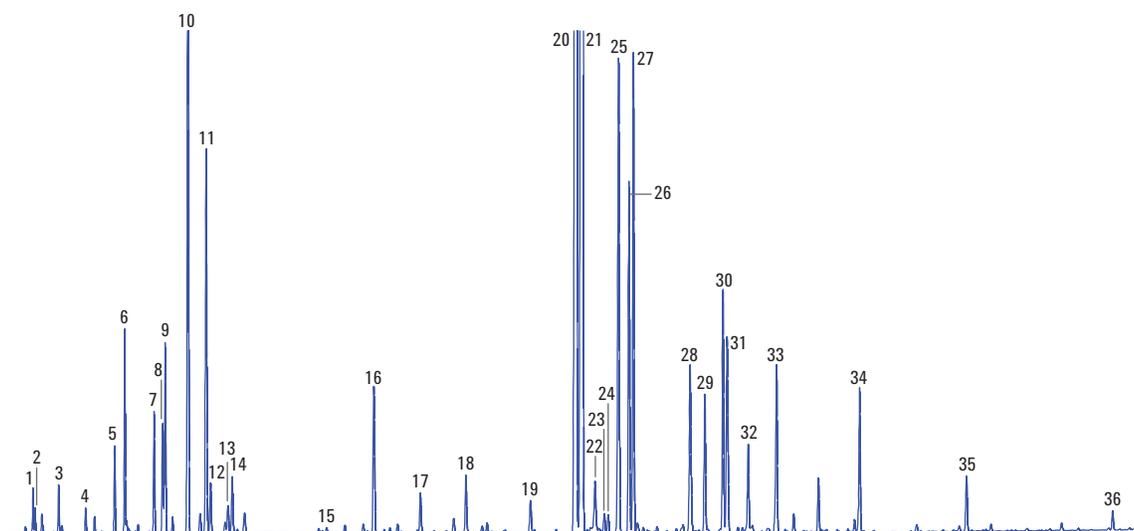


图 1. 薰衣草精油样品 1 在 Agilent J&W DB-Wax 超高惰性 30 m 色谱柱上获得的 GC/FID 色谱图。参见表 1 的色谱条件和表 3 的峰归属

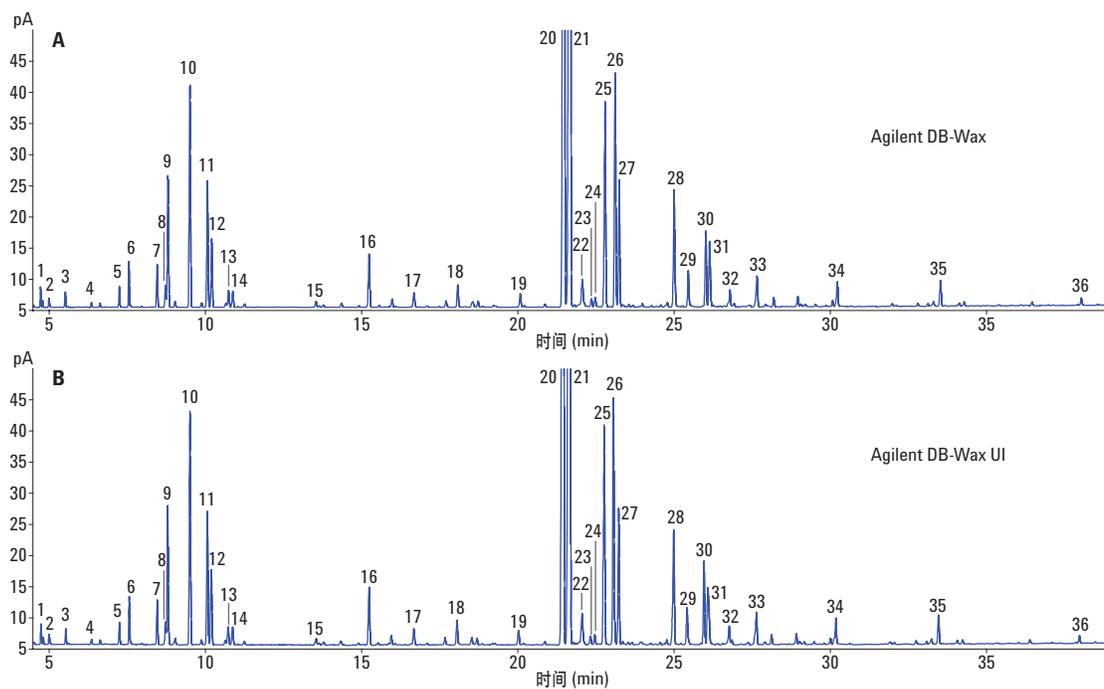


图 2. 薰衣草精油样品 2 在 Agilent DB-Wax 超高惰性气相色谱柱上获得的 GC/FID 色谱图。如需了解峰归属信息, 请参见表 3

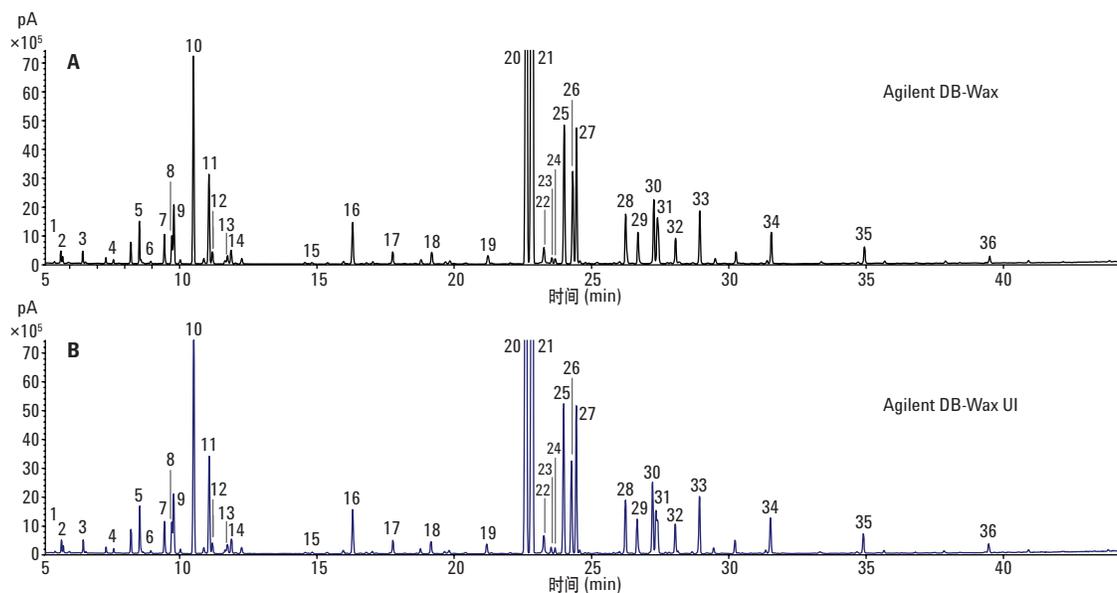


图 3. 薰衣草精油样品 1 的 GC/MS 总离子流色谱图。使用 Agilent J&W DB-Wax, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm 气相色谱柱以及 Agilent J&W DB-Wax 超高惰性 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm 气相色谱柱

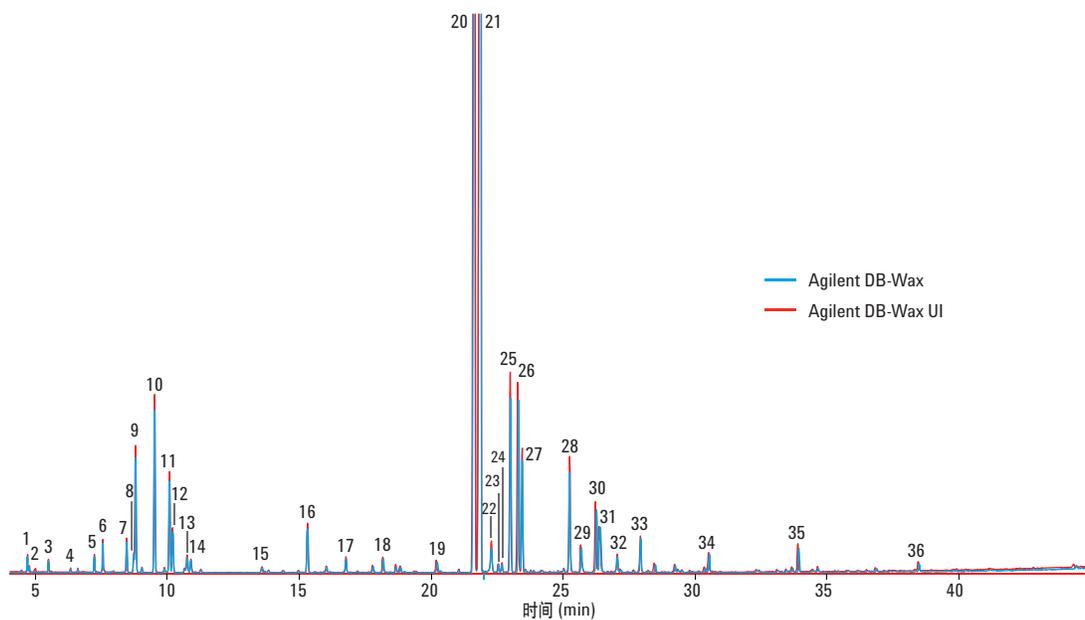


图 4. 薰衣草精油样品 2 的 GC/MS 总离子流色谱图。使用 Agilent J&W DB-Wax (蓝色) 以及 Agilent J&W DB-Wax 超高惰性, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm 气相色谱柱 (红色)

表 3. 采用 Agilent DB-Wax UI 和 Agilent DB-Wax 色谱柱通过 GC/MS 和 GC/FID 的薰衣草精油样品 1 和 2 的面积百分比得到的峰归属信息

峰编号	化合物	Agilent	Agilent	Agilent	Agilent	Agilent	Agilent	ISO 3515 规范要求
		DB-Wax UI 保留时间 样品 2	DB-Wax 保留时间 样品 2	DB-Wax UI 面积% 样品 1	DB-Wax 面积% 样品 1	DB-Wax UI 面积% 样品 2	DB-Wax 面积% 样品 2	
1	α-蒎烯	4.755	4.734	0.166	0.171	0.161	0.158	
2	α-侧柏烯	4.822	4.799	0.088	0.089	0.052	0.052	
3	茨烯	5.542	5.527	0.194	0.201	0.136	0.134	
4	β-蒎烯	6.366	6.356	0.103	0.105	0.047	0.047	
5	3-萜烯	7.258	7.251	0.373	0.384	0.200	0.096	
6	月桂烯	7.573	7.561	0.846	0.852	0.424	0.416	
7	D-柠檬烯	8.468	8.465	0.594	0.604	0.448	0.416	0 – 1%
8	β-水芹烯	8.730	8.730	0.554	0.564	0.227	0.223	
9	桉树脑	8.803	8.809	1.029	1.039	1.555	1.524	0 – 3%
10	顺式-β-罗勒烯	9.518	9.510	5.079	5.105	2.589	2.538	1 – 10%
11	反式-β-罗勒烯	10.078	10.069	2.275	2.280	1.580	1.549	0.5% – 6%
12	3-辛酮	10.199	10.204	0.294	0.296	0.885	0.867	0 – 3%
13	邻异丙基苯	10.739	10.746	0.178	0.182	0.239	0.235	
14	乙酸己酯	10.883	10.878	0.362	0.361	0.228	0.224	
15	异丁酸己酯	13.550	13.540	0.035	0.034	0.093	0.091	
16	1-辛烯-3-醇乙酸酯	15.243	15.241	0.980	0.974	0.750	0.735	
17	丁酸己酯	16.672	16.673	0.271	0.269	0.218	0.213	
18	1-辛烯-3-醇	18.052	18.077	0.374	0.368	0.334	0.328	
19	樟脑	20.024	20.074	0.229	0.227	0.199	0.195	0 – 1.5%
20	β-芳樟醇	21.447	21.477	32.713	32.657	33.671	33.016	20% – 43%
21	乙酸芳樟酯	21.665	21.675	32.506	32.651	38.258	37.513	25% – 47%
22	α-檀香烯	22.049	22.059	0.460	0.454	0.554	0.543	
23	乙酸龙脑酯	22.321	22.348	0.118	0.133	0.135	0.132	
24	α-香柑油烯	22.458	22.469	0.107	0.113	0.135	0.133	
25	石竹烯	22.758	22.782	3.138	3.157	2.876	2.820	
26	松油烯-4-醇	23.058	23.105	2.165	2.157	3.068	3.008	0 – 8%
27	薰衣草乙酸酯	23.228	23.241	2.843	2.858	1.599	1.568	0 – 8%
28	β-金合欢烯	24.985	24.991	1.204	1.196	1.639	1.607	
29	薰衣草醇	25.409	25.443	0.868	0.837	0.501	0.491	0 – 3%
30	α-松油醇	25.953	26.004	1.453	1.445	0.972	0.953	0 – 2%
31	樟醇 + 大根香叶烯 D	26.076	26.128	1.460	1.443	1.032	1.012	
32	橙花乙酸酯	26.760	26.779	0.557	0.554	0.265	0.260	
33	乙酸香叶酯	27.627	27.645	1.083	1.082	0.495	0.485	
34	香叶醇	30.127	30.213	0.870	0.864	0.367	0.361	
35	石竹烯氧化物	33.445	33.501	0.372	0.364	0.368	0.361	
36	γ-杜松醇	37.949	38.004	0.119	0.119	0.096	0.094	

本文依据国际标准 ISO 3515 [5] 对薰衣草精油样品中的三十六种主成分进行了鉴定，并对每个主成分的面积百分比进行了积分与计算。这 36 种化合物的峰面积约占 GC-FID 色谱图可观测面积的 96%。表 3 列出了鉴定出的组分名称、相对保留时间、及其所占 FID 面积的百分比。国际标准 ISO 3515 中规定了不同来源的薰衣草精油的某些特性，以方便对其进行质量评估。供应商无法提供样品 2 的品种和产地。样品 1 中的薰衣草栽培于中国新疆。样品 1 和 2 中的主要化合物含量有所不同，但二者均符合 ISO 的要求 (表 3)。

DB-Wax 和 DB-Wax UI 气相色谱柱在薰衣草精油分析中表现出了相同的选择性和相似的总体性能。然而，DB-Wax UI 因其更高的惰性在某些情况下提供了更好的峰形和更高的灵敏度。图 5 表明，松油烯-4-醇 (峰 26) 和 α -松油醇 (峰 30) 等更多活性化合物在 DB-Wax UI 气相色谱柱上呈现出极佳的峰形与更好的响应。这说明这款色谱柱具有良好的惰性。尽管樟醇和大根香叶烯 D (峰 31) 无法在 DB-Wax UI 中以表 1 的分析条件得到充分分离，但这两种化合物在 DB-Wax 上会发生共洗脱。如果柱温箱温度程序为从 50 °C (5 min) 以 5 °C/min 升至 250 °C (5 min)，那么樟醇和大根香叶烯 D 会获得更高的分离度，其他主成分也会获得可接受的分离度。然而，樟醇和大根香叶烯 D 并不属于薰衣草精油质量评估所规定的化合物之列。本应用简报采用表 1 中的测试条件以得到更可靠的结果。

每根 J&W DB-Wax 超惰性色谱柱均采用最严格的测试混标进行了质量控制测试，从而确保每根色谱柱都具有最高程度的惰性。

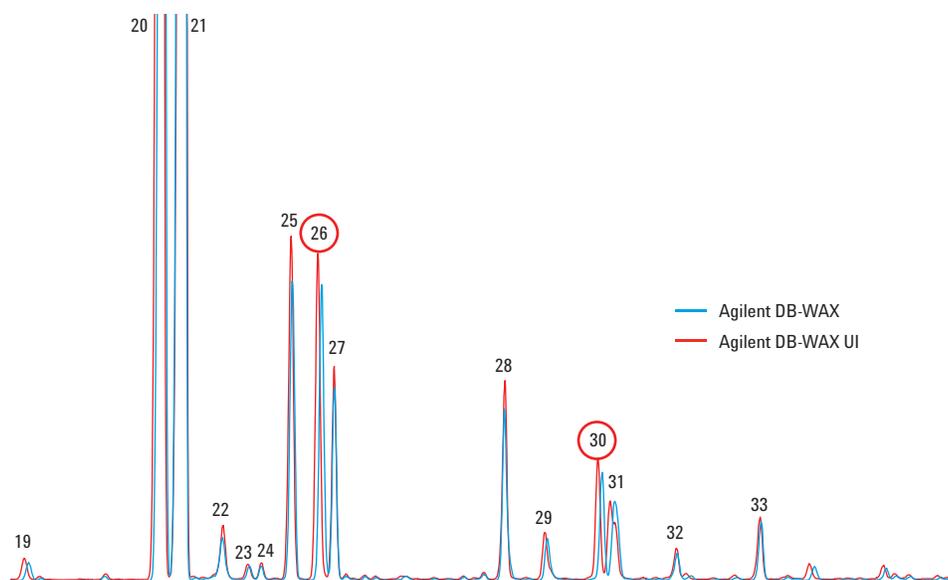


图 5. 图 4 中使用 Agilent J&W DB-Wax (蓝色) 以及 Agilent J&W DB-Wax 超惰性, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μ m 气相色谱柱 (红色) 得到的薰衣草精油样品 2 的 GC/MS 色谱图的放大部分

结论

通过采用 GC/FID 和 GC/MSD 分析薰衣草精油样品对 Agilent J&W DB-Wax 超高惰性气相色谱柱进行了评估。通过与 DB-Wax 色谱柱进行对比成功证明了二者具有相同的选择性。这意味着采用 DB-Wax UI 色谱柱替代 DB-Wax 色谱柱时，无需进行额外方法开发或方法重新验证。由于 DB-Wax UI 气相色谱柱具有高惰性，因此分析活性化合物时可获得更好的峰形和更高的灵敏度。利用 DB-Wax UI 气相色谱柱与非极性 Agilent J&W DB-1ms UI 气相色谱柱相结合进行复杂薰衣草精油的表征，可获得更可靠的定性和定量分析数据，从而确保了产品质量。

参考文献

1. Hawkins, E. B. MS, BPharm, RPh; Ehrlich, S. D. NMD. Lavender. *Research Review* January **2007**, Phoenix, AZ. Review provided by VeriMed Healthcare Network
2. McGimpsey, J. A.; Porter, N. G. Lavender. A grower's guide for commercial production, New Zealand Institute for Crop and Food Research Limited, Christchurch, New Zealand, **1999**
3. Shellie, R.; Mondello, L.; Marriot, P.; Dugo, G. Characterization of Lavender Essential Oils by Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry with Correlation of Linear Retention indexes and Comparison with Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography. *J. Chromatog. A* **2002**, 970, 225–234
4. Kenneth Lynam, Doris Smith, *Lavender Oil Characterization Using Agilent J&W DB-1ms Ultra Inert Capillary GC Column* (采用 Agilent J&W DB-1ms 超高惰性毛细管气相色谱柱对薰衣草精油进行表征); 应用简报, 安捷伦科技有限公司, 出版号 5990-3700EN, **2009**
5. ISO 3515:2002 - Oil of lavender (*Lavandula angustifolia* Mill.) Standard, available for download on the International Organization for Standardization website: <http://www.iso.org>

更多信息

这些数据仅代表典型的结果。有关我们的产品与服务的详细信息，请访问我们的网站 www.agilent.com。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

安捷伦科技有限公司，2016
2016年2月25日，中国出版
5991-6635CHCN



Agilent Technologies