

# 高纯 1, 8-桉叶油素的气相色谱分析\*



曹 静

(西南化工研究设计院, 四川 成都 610225)

CAO J.

**摘 要:** 用 10% PEG 6000、长 3 m、内径 3 mm 的不锈钢填充柱, 在 70 °C 的柱温下用 FID 检测器对高纯 1, 8-桉叶油素(纯度  $\geq 99.5\%$ ) 进行定量分析, 该法标准偏差为 0.042, 平均回收率 101.3%, 变异系数为 0.04%。

**关键词:** 1, 8-桉叶油素; 气相色谱分析

中图分类号: O 625.1      文献标识码: A      文章编号: 0253-2417(2000)03-0080-05

1, 8-桉叶油素是医药桉叶油的主要成分, 主要用于卫生、药剂制品<sup>[1]</sup>。高纯 1, 8-桉叶油素产品在一些口服药剂(如止咳糖浆、口香糖)和食品香精方面有特殊的使用价值, 但其中微量杂质伞花烃与 1, 8-桉叶油素的分离一直是个难题<sup>[2]</sup>。作者经过多次实验, 采用 10% PEG 6000 不锈钢填充柱对高纯 1, 8-桉叶油素进行分析, 分离效果好, 准确度高, 简便、快捷, 并在工业生产中得到了实际应用。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

仪器: SP-2305 型气相色谱仪, 氢火焰检测器。CDMG-1CX 型色谱数据处理机。

试剂: 1, 8-桉叶油素标样(99.5%); 对-烷和伞花烃标样(99.5%); 固定液: PEG 6000; 担体: Chromosorb W/AW-DMCS(60~80目); 丙酮(GB 686-70)分析纯。

### 1.2 色谱操作条件

色谱柱: 3 m  $\times$  3 mm 不锈钢柱; 固定相: 10% PEG 6000 涂在 Chromosorb W/AW-DMCS 担体上; 柱温: 70 °C; 汽化温度: 170 °C; 检测温度: 170 °C; 载气(N<sub>2</sub>)流量: 30 mL/min; 氢气流量: 40 mL/min; 空气流量: 400 mL/min; 进样量: 0.3  $\mu$ L。

### 1.3 样品处理

1, 8-桉叶油素样品是液体, 直接用注射器吸取进行分析测定。

\* 收稿日期: 1999-12-15

作者简介: 曹 静(1966-), 女, 重庆市人, 化工分析高级工程师, 学士, 从事化工、医药、香料等分析研究工作。

### 1.4 定性定量分析

1.4.1 定性分析 1,8-桉叶油素采用红外光谱定性。样品红外谱图(见图 1)与 1,8-桉叶油素红外光谱标准图完全一致。杂质峰采用标准样定性<sup>[1]</sup>。

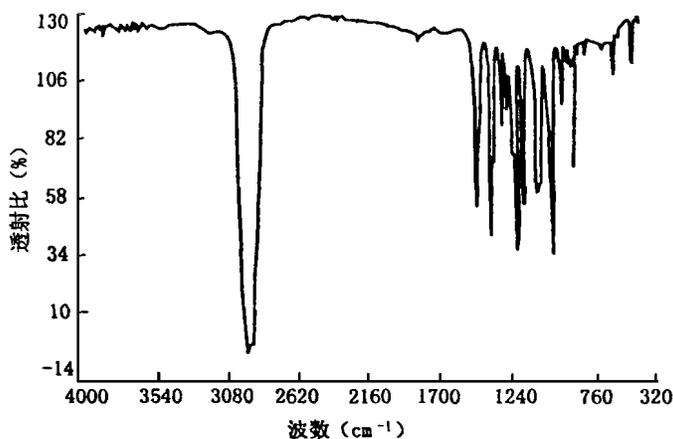


图 1 样品红外光谱图

Fig. 1 Infrared spectra of sample

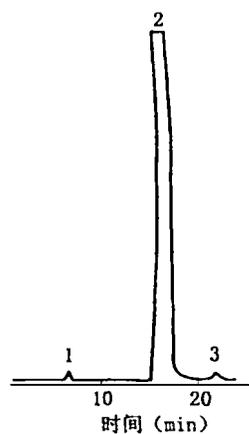


图 2 高纯 1,8-桉叶油素气相色谱图

Fig. 2 GC of high purity 1,8-cineole

1. 对- 烷 *p*-menthane; 2. 1,8-桉叶油素 1,8-cineole; 3. 伞花烃 cymene

1.4.2 定量分析 由于试样中被测组分均能出峰,且峰高与峰面积响应值与含量之间存在着很好的线性关系,因此采用面积归一化法定量,色谱图见图 2。

## 2 结果与讨论

### 2.1 杂质峰定性

采用标准样保留值定性分析法。选用弱极性 OV-101 毛细管柱、改性 FFAP 毛细管柱与 PEG 6000 填充柱同时分析,对- 烷标样和伞花烃标样分别与主峰前后杂质的保留时间相同,确定杂质分别为对- 烷和伞花烃,见表 1。

表 1 不同极性色谱柱保留时间对照表

Table 1 Retention time of sample with different chromatographic columns

色谱柱 chromatographic columns	保留时间 retention time (min)			
	对- 烷标样* standard of <i>p</i> -menthane	杂质 1 impurity 1	伞花烃标样 standard cymene	杂质 2 impurity 2
OV-101	7.410, 7.560	7.547	8.025	8.016
FFAP	1.448, 1.575	1.567	8.8083	8.065
PEG 6000	6.44, 7.31	7.24	22.47	22.42

\* 对- 烷为顺反异构体,常量色谱峰为两个,高纯 1,8-桉叶油素中只有微量顺- 烷一个峰。

### 2.2 色谱柱的选择

由 1,8-桉叶油素和伞花烃的结构式可看出,二者碳数相同,结构相似,分子量相近,极性相近,两者在一般色谱柱上不易分离,作者通过弱极性填充柱与极性填充柱的比较,以及填充柱与毛细管柱的比较,结果发现,如用弱极性柱分析,伞花烃在 1,8-桉叶油素前出峰,微量

的伞花烃与主峰分离不好,被主峰掩盖,使主峰含量偏高,不利于高纯 1,8-桉叶油素含量的测定。如选用 10% PEG 6000 填充柱分析与交联 FFAP 毛细管柱分析,结果无明显差异,见表 2。FFAP 毛细管色谱图见图 3。但毛细管柱价格昂贵,对分析人员要求较高,不宜工厂现场控制分析。作者选用 10% PEG 6000 填充柱分析,设备简单,峰形对称,  $R > 1.5$ , 各组分取得良好的分离。

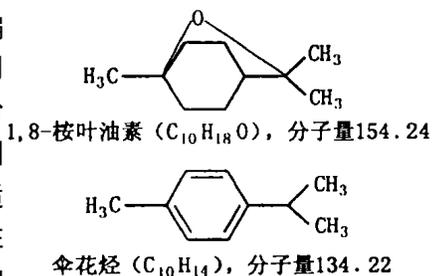


表 2 填充柱与毛细管柱方法的比较

Table 2 Comparison of analysis results using packed column and capillary column

编号 No.	FFAP 毛细管柱测量值 (%) measured value by FFAP capillary column	PEG 6000 填充柱测量值 (%) measured value by PEG 6000 packed column	$\delta^*$ (%)
1	99.65	99.70	0.05
2	99.70	99.74	0.04
3	99.59	99.67	0.08
4	99.62	99.68	0.06
5	99.68	99.70	0.02

\*  $\delta = X_{PEG\ 6000} - X_{FFAP}$

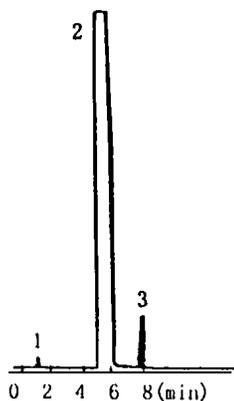


图 3 高纯 1,8-桉叶油素 FFAP 毛细管柱气相色谱图

Fig. 3 Gas chromatogram of high-purity 1,8-cineole by FFAP capillary column

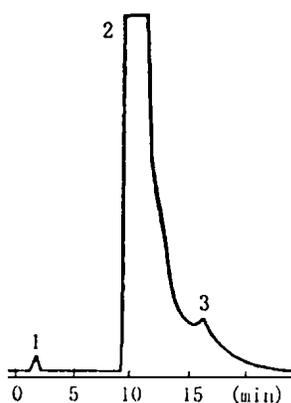


图 4 柱温 90 °C 时高纯 1,8-桉叶油素气相色谱图

Fig. 4 GC of high-purity 1,8-cineole at 90 °C

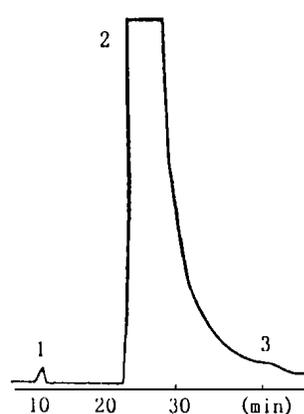


图 5 柱温 60 °C 时高纯 1,8-桉叶油素气相色谱图

Fig. 5 GC of high-purity 1,8-cineole at 60 °C

1. 对-烷 *p*-menthane; 2. 1,8-桉叶油素 1,8-cineole; 3. 伞花烃 *camphor*

### 2.3 柱温的影响

柱温升高,分析时间明显缩短,但分离度变小,分离效果变差,见图 4。当柱温过低时,色谱峰严重扩展(见图 5),既影响分析时间,又降低了分离度。在保证 PEG 6000 不流失,考虑分析时间、分离效果,选择柱温 70 °C。

### 2.4 方法的准确度

将不同含量的 1,8-桉叶油素标准品加入到已用本方法测知含量的样品中,分别按上述操作条件进行测定,计算回收率。共进行 4 组试验,平均回收率为 101.3%,见表 3。

表 3 回收率的测定

Table 3 Test for recovery

序号 No.	样品含量(g) sample content	加入标准品后理论含量(g) theoretical content after adding standard sample	实测值(g) measured value	回收率(%) recovery	平均值(%) average value
1		3.65	3.67	100.5	
2	2.54	3.47	3.50	100.9	101.3
3		3.50	3.58	102.3	
4		3.55	3.60	101.4	

### 3.5 方法精密度的测定

用本方法对同一个样品进行重复测定 5 次,精密度测定结果为:标准偏差为 0.042,变异系数为 0.04%,结果见表 4。

表 4 精密度的测定

Table 4 Test for reliability

序号 No.	样品含量(%) sample content	平均值(%) average value	标准偏差(S) standard deviation	变异系数(%) coefficient of variation
1	99.66			
2	99.60			
3	99.70	99.66	0.042	0.04
4	99.62			
5	99.68			

## 3 结 论

采用 3 m × 3 mm 10% PEG 6000 不锈钢填充柱分析高纯 1,8-桉叶油素,此方法分离效果好,准确度高,简便、快捷,在工业分析应用中取得满意效果。

### 参考文献:

- [1] IAN A Southwell, IAN A Stiff. Differentiation between *Melaleuca alternifolia* and *M. linariifolia* by monoterpene comparison [J]. *Phytochemistry*, 1990, 29(11): 3529-3533.
- [2] JENNINGS W, SHIBAMOTY T. Qualitative Analysis of Flavour and Fragrance Volatiles by GC[M]. New York: Academic Press, 1980, 30-113.

## GAS CHROMATOGRAPHIC ANALYSIS OF HIGH-PURITY 1, 8-CINEOLE

CAO Jing

*(Southwest Research and Design Institute of Chemical Industry, Chengdu 610225, China)*

**Abstract:** In this paper, a gas chromatographic method is introduced for quantitative determination of high-purity 1, 8-cineole with FID on PEG 6000. The method is convenient, rapid and accurate. The results showed that coefficient of variation and standard deviation were 0.04% and 0.042 respectively. Average recovery were 101.3%.

**Key words:** 1, 8-cineole; gas chromatographic analysis

特种粉碎 细“至”入微 “粉”价百倍

# 浙江丰利 — 中国粉碎机专家

国家重点新产品 国家火炬计划项目 国家专利产品

本公司是国内知名的专业研究制造各类特种超微粉碎设备生产基地,属省区外高新技术企业及市重点骨干企业。技术力量雄厚,可承接项目设计、开发、制造及成套设备的安装、调试一条龙“交钥匙”工程。积四十余年先进经验开发生产的八大系列100多个品种的特种超微粉碎设备,产品质量多次经国家抽检合格,被原化工部、农业部等作为行业重点产品向全国推广,广泛适用于化工、农药、染料、颜料、涂料、塑料、橡胶、食品、医药、生物、烟草、饲料、陶瓷、建材、粉煤灰、非金属矿、有色金属再生资源及国防尖端科技等各个行业不同领域的超微粉碎,产品畅销全国,远销东南亚。

经国内外千余家用户使用证实:设备性能卓越,与众不同,可提高产品的级次和附加值,经济效益显著。

国内规模大、新品多、品种全的成套超微粉碎设备生产基地

## 浙江丰利粉碎设备有限公司

(浙江省嵊州市机械厂、浙江省嵊州市特种粉碎设备厂)

总经理:王春峰

热线电话/传真:0575—3185888 3100888 3105888

联系人:叶向红

地址:浙江省嵊州市城关罗柱岙 邮编:312400