

ИЗВЕСТИЯ
ТОМСКОГО ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА имени С. М. КИРОВА

Том 175

1971

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛОЖНЫХ ЭФИРОВ БОРНЕОЛА В ЭФИРНОМ
МАСЛЕ СОСНЫ КЕДРОВОЙ (*PINUS SIBIRICA MAUR*
И ПИХТЫ СИБИРСКОЙ (*ABIES SIBIRICA LEDB*))

Г. Г. ЛЫХИНА, Л. А. ПЕРШИНА, Ж. В. ШЛОМЧАК

(Представлена научной итоговой конференцией химико-технологического факультета)

При проведении анализа эфирного масла сосны кедровой на содержание борнилацетата нами было замечено несовпадение результатов, определяемых методом омыления и методом газожидкостной хроматографии.

В первом случае получается 3,01% борнилацетата, во втором — 2,06%.

Завышенное содержание борнилацетата, определяемое методом омыления с последующим оттитровыванием кислот, можно объяснить наличием других эфиров борнеола, в первую очередь, борнилформиата.

Для этого нами проведено исследование кислот, получаемых при омылении эфирного масла, с помощью бумажной хроматографии.

2 мл эфирного масла растворяли в двойном объеме этилового спирта, затем приливали 15 мл спиртового раствора едкого натра. Колбу закрывали пробкой с обратным холодильником (стеклянная трубка длиной 1 м). Содержимое колбы нагревали на водяной бане 1,5 часа. После омыления раствор упаривали.

Полученные таким образом натриевые соли кислот использовали для хроматографии. На стартовую линию бумажной полоски (хроматографическая бумага быстрая Ленинградской фабрики 2 им. Володарского) наносили натриевые соли кислот. Бумажные полоски помещали в цилиндр с притертой пробкой для насыщения в системе растворителей: н-бутанол — 1,5 н. аммиак в отношении 1 : 1. Насыщение бумаги растворителем происходило в течение 6 часов, вымывание — 12 часов.

Затем бумажную полоску сушили и проявляли раствором хлорфенол-красного. Кислоты проявлялись в виде желтых пятен на фиолетовом фоне.

Методом бумажной хроматографии в продуктах омыления эфирного масла сосны кедровой обнаружены муравьиная и уксусная кислоты. Так как муравьиная и уксусная кислоты при хроматографии разделяются плохо, в качестве проявителя использовали азотнокислое серебро, которое восстанавливается муравьиной кислотой [1].

Соединения, восстанавливающие аммиачный раствор азотнокислого серебра, проявляются в виде коричневых пятен.

В продуктах омыления эфирного масла, полученного из хвои и коры пихты сибирской (*Abies sibirica Ledb*), муравьиной кислоты не обнаружено.

Методом газожидкостной хроматографии было проведено хроматографирование на хроматографе ХЛ-4 эфирного масла сосны кедровой (рис. 1).

В качестве неподвижной фазы был использован гексацианэтиловый эфир сорбита, нанесенный на инзенский кирпич; подвижной фазой служил гелий.

Условия анализа были разработаны на пробах кедрового масла и искусственно составленной смеси, состоящей из борнилацетата, (т. кип.

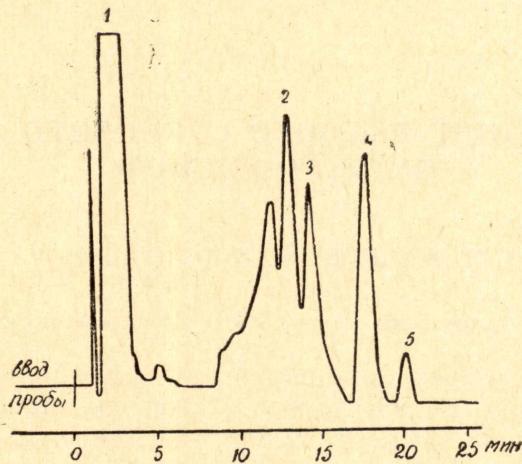


Рис. 1. Хроматограмма эфирного масла сосны кедровой: 1 — терпеновая фракция; 2 — борнилацетат; 3 — борнилформиат; 4 — камфора; 5 — борнеол

223° , $D^{15}=0,991$) и борнилформиата (т. кип. $225-230^\circ$, $D^{20}=1,016$; $n_D^{15}=1,470$) и камфоры. Последняя служила внутренним стандартом.

Достаточно острые пики получались при следующих условиях анализа:

Длина колонки	5,5 м
Газ-носитель	гелий
Температура колонки	155°C
Ток детектора	120 μa
Чувствительность	
самописца	1 мв
Скорость газа-носителя	120 мл/мин
Скорость продвижения	
диаграммы	4 мм/мин

На хроматограмме эфирного масла сосны кедровой всегда присутствует рядом с пиком борнилацетата пик борнилформиата. Расчет содержания борнилацетата и борнилформиата проводился методом нормировки с введением калибровочных коэффициентов стандартизации, которые вычислялись из искусственно составленных проб и проверялась их независимость от соотношения компонентов в пробе [2].

Таким образом, в эфирном масле сосны кедровой содержится 2% борнилацетата и 1% борнилформиата.

ЛИТЕРАТУРА

1. Хроматография на бумаге. Под редакцией И. М. Хейса и К. Мацека. ИЛ, М., 1962.
2. М. И. Горяев. Характеристика химических соединений, входящих в состав эфирных масел. Алма-Ата, 1953.