

grupa:

1. Sprawdzenie wiedzy i przygotowania do ćwiczeń przez prowadzących.**2. Analiza organoleptyczna substancji roślinnych:**

Aurantii amari epicarpium et mesocarpium (Aurantii amari pericarpium), Chamomillae romanae (Anthemidis) flos, Lavandulae flos, Matricariae (Chamomillae) flos, Tanacetii flos, Melissa folium, Menthae piperitae folium, Rosmarini folium, Majoranae herba, Thymi herba, Serpylli herba, Inulae radix, Valerianae radix.

3. Omówienie zasad podstawowych metod otrzymywania olejków eterycznych i oznaczania ich zawartości w substancjach roślinnych.**4. Uzyskiwanie i oznaczanie zawartości olejku eterycznego w substancji roślinnej za pomocą aparatu Derynga.**

Skompletować aparaturę potrzebną do przeprowadzenia destylacji z wodą otrzymanego surowca roślinnego (zgodnie z monografią FP - kosz grzejny 1000mL lub 500mL, podłączany do regulatora mocy; kolba 1000mL lub 500mL okrągłodenna ze szlifem 32/29; porcelanki wrzenne; czysty aparat Derynga z prawidłowo podłączoną chłodnicą). Sprawdzić stan szlifowania zaworu trójdrożnego w aparacie Derynga i w razie potrzeby nasmarować go nieznaną ilością wazeliny. Zamocować aparat w łańcuchu i sprawdzić szczelność chłodnicy.

Zważoną i rozdrobnioną substancję roślinną we wskazanej ilości przenieść do kolby okrągłodennej, dodać porcelankę wrzenną i uzupełnić określoną w monografii FP objętością wody destylowanej. Zalać wodą destylowaną rurkę miarową aparatu Derynga i ustawić zawór w pozycji zawracania destylatu. Uszczelnić aparaturę i uruchomić regulator mocy (w pozycji ok. 3-4). Po około 15-30 minutach powinna rozpocząć się destylacja; wówczas należy dostosować siłę ogrzewania tak, aby przepływ wynosił ok. 1-2 mL destylatu na minutę (lub zgodnie z monografią FP). Jeśli monografia FP nie stanowi inaczej - zakończyć destylację po godzinie od rozpoczęcia procesu. Odczytać na skali aparatu objętość uzyskanego olejku.

Po zakończeniu destylacji zebrać olejek eteryczny do zlewki olejków (pod dygestorium), a aparat umyć w sposób wskazany przez prowadzącego - najpierw wrzątkiem z wody destylowanej, następnie acetonem; zlewki acetonu zbierać do oddestylowania. Resztki surowca usunąć po ochłodzeniu z kolby okrągłodennej do kosza na odpadki.

Substancja roślinna poddana badaniu:
Ilość substancji roślinnej poddana badaniu zawartości olejku eterycznego:
Czas trwania destylacji:
Wynik pomiaru:
Farmakopealna zawartość graniczna olejku w substancji roślinnej:
Wniosek:
.....

5. Analiza mikroskopowa proszków roślinnych:

Preparaty mikroskopowe należy wykonać na gorąco w odczynniku prześwietlającym. Korzystając z rycin, rozróżnić cechy grupowe i charakterystyczne poszczególnych proszków (rysować tylko charakterystyczne).

– kwiat rumianku (FP XII)

roślina (łac./pl.):

rodzina (łac./pl.):

Lavandulae flos –
roślina (łac./pl.):
rodzina (łac./pl.):

Menthae piperitae folium –
rośliny (łac./pl.):
rodzina (łac./pl.):

Rosmarini folium –
roślina (łac./pl.):
rodzina (łac./pl.):

Thymi herba –
roślina (łac./pl.):
rodzina (łac./pl.):

6. Badanie obecności zafałszowań w olejkach eterycznych:

Tłuszcze i/lub inne związki nietlotne (np. żywice): Kilka kropli olejku nanieść na skrawek bibuły. Odwieść suszarką pod dygestorium przez ok. 2-5 min. Sprawdzić czy na bibule nie pozostały tłuste plamy.

Badany olejek eteryczny:

Obserwacje:

Wniosek:

Alkohol i/lub inne rozpuszczalniki lotne: Ok. 0,5 mL olejku umieścić w probówce. Koniec probówki zatkać watą, wewnątrz której umieścić bagietką kilka kryształków barwnika (w razie potrzeby zasięgnąć pomocy prowadzącego). Ogrzewać przez 10-15 min. na łaźni wodnej w temperaturze 70-80°C. Sprawdzić czy kryształek barwnika nie uległ rozpuszczeniu w osadzających się na wacie parach rozpuszczalników lotnych.

Badany olejek eteryczny:

Obserwacje:

Wniosek:

Woda: Kilka kropli otrzymanego olejku zmieszać z ok 1 mL chloroformu lub chlorku metylenu. Sprawdzić czy nie pojawia się zmętnienie, świadczące o obecności wody w oleju eterycznym.

Badany olejek eteryczny:

Obserwacje:

Wniosek:

7. Frakcjonowanie olejków eterycznych za pomocą mikrochromatografii kolumnowej:

Pipetę pasteurowską zamocować na statywie w łaźni. Z pomocą drewnianego patyczka na dnie umieścić niewielki zwitek waty, na który nanieść ok. 5 cm warstwę krzemionki do chromatografii. Górny wylot zamknąć zwitkiem waty. Przygotować kilka suchych probówek do zbierania frakcji.

Zaaplikować na kolumnę heksan (lub eter naftowy), a następnie 2 krople olejku na górną część mikrokolony chromatograficznej. Eluować gradientowo:

5 mL heksanu (lub eteru naftowego),

5 mL 1% roztworu octanu etylu w heksanie (lub eterze naftowym),

5 mL 2,5% roztworu octanu etylu w heksanie (lub eterze naftowym),

5 mL 5% roztworu octanu etylu w heksanie (lub eterze naftowym),

5 mL 10% roztworu octanu etylu w heksanie (lub eterze naftowym),

10 mL 50% roztworu octanu etylu w heksanie (lub eterze naftowym).

Jeżeli konieczne - przepływ fazy ruchomej wymuszać nadciśnieniem ze smoczka do pasteurówek (nie zakładać smoczków na kolumnę! (cofanie się eluatu!). Kolejne porcje eluatu zbierać do osobnych (suchych!) probówek.

Nanieść kapilarą po kilka kropel każdej frakcji na skrawki bibuły i porównać zapachy. Nanieść uzyskane frakcje oraz odpowiednie, wskazane przez prowadzącego wzorce, na krzemionkową płytkę chromatograficzną do TLC i rozwinąć ją w układzie toluen : octan etylu (95:5). Porównać skład poszczególnych frakcji na podstawie obrazu w świetle nadfioletowym oraz po wywołaniu 10% roztworem H₂SO₄ w MeOH i ogrzaniu w ok. 100°C do wystąpienia barwnych plam. Ocenić w której z frakcji znajduje się charakterystyczny składnik frakcjonowanego olejku.

Frakcjonowany olejek eteryczny:

Obserwacje:

.....

.....

.....

Wniosek:

.....