

**1. Kolokwium wstępne.**

**2. Analiza organoleptyczna substancji roślinnych - nasiona roślin oleistych:**

*Amygdalae semen, Arachidis semen, Cannabis semen, Helianthi annui semen, Oenotherae semen, Papaveris semen, Sesami semen, Sojae semen*

**3. Analiza mikroskopowa proszków roślinnych:**

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

– owoc pieprzowca rocznego (FPXII)

*roślina (łac./pl.):*

*rodzina (łac./pl.):*

*Piperis (nigri) fructus –*

*roślina (łac./pl.):*

*rodzina (łac./pl.):*

*Cinchonae cortex –*

*roślina (łac./pl.):*

*rodzina (łac./pl.):*

*Belladonnae folium* –  
roślina (łac./pl.):  
rodzina (łac./pl.):

*Hyoscyami folium* –  
roślina (łac./pl.):  
rodzina (łac./pl.):

*Stramonii folium* –  
roślina (łac./pl.):  
rodzina (łac./pl.):

#### 4. Przygotowanie wyciągów (ćwiczenie wykonywane w parach):

Około 1 g sproszkowanej **substancji roślinnej** zmieszać w kolbie kulistej z 15 mL 0,05 M/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (pierwsza osoba z pary) lub z 15 mL 0,05 M/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> z dodatkiem rozkruszonej tabletki węgla aktywnego (druga osoba z pary). Ekstrahować na wrzącej łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną przez ok. 10 min. NIE GOTOWAĆ w przypadku otrzymania owoców pieprzu (wówczas wyciąg przygotować w dużej probówce z użyciem łaźni ultradźwiękowej). Przesączyć przez niewielki sączelek. Przesącz zalkalizować dodając kroplami 25% roztworu NH<sub>3</sub> (pod dygestorium, wobec papierka wskaźnikowego; nie zanurzać papierków w wyciągu, tylko wyjmować bagietką po kropli alkalizowanego stopniowo wyciągu). SPRZĄTNAĆ po sobie resztki papierków wskaźnikowych. Zalkalizowany wyciąg DELIKATNIE ekstrahować porcjami po 10 mL CHCl<sub>3</sub> lub CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (min. dwukrotnie). Połączone warstwy organiczne osuszyć bezwodnym Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Przenieść wyciąg do suchej i czystej kolby kulistej. Odparować na wyparce próżniowej (pod opieką prowadzącego/ technika). Pozostałość rozpuścić w ok. 0,5 mL MeOH i wydobyć pasteurówką z kolby kulistej.

W przypadku otrzymania **leku gotowego** (tabletki, drażetki, ew. proszek) – sproszkować, zalać w probówce nieznaną ilością 70% MeOH z dodatkiem kilku kropel 5% HCl i wstawić na 10 min. do płuczki ultradźwiękowej.

Na płytkę do TLC nanosić **pasmowo** ok. 2 kapilary wyciągu (25-50 pociągnięć kapilarą).  
Reakcje mikrochemiczne wykonywać na pozostałej części wyciągu.

Zakwaszenie środowiska w procesie ekstrakcji wodnej powinno teoretycznie spowodować: .....

.....

Alkalizacja wyciągu przed ekstrakcją rozpuszczalnikiem chloroorganicznym powinna teoretycznie spowodować: .....

.....

Teoretycznym celem wykonania ekstrakcji z dodatkiem węgla aktywnego jest: .....

.....

### 5. Analiza chromatograficzna: wykrywanie alkaloidów metodą TLC:

Nanieść na płytkę do TLC wyciągi i wzorce (**atropina, hioscyna, chinina**). Wysuszyć. Rozwinąć chromatogram:

Faza stała: żel krzemionkowy Si 60,

Faza ruchoma: (toluen / CH<sub>3</sub>COOEt / NH(Et)<sub>2</sub> = 7 / 2 / 1). Ok. 20 min.

Chromatogram wysuszyć szybko suszarką pod wyciągiem aż do zaniku charakterystycznego zapachu, a następnie ogrzać jeszcze przez **min. 10 min.** w suszarce powietrznej w temp. 100-105°C (chromatogram, na którym pozostawione zostaną resztki aminy z fazy ruchomej nie wywoła się odczynnikami Dragendorffa).

Analizować w świetle UV 366nm. Wywołać odczynnikami Dragendorffa, a następnie, w razie potrzeby, 10% roztworem NaNO<sub>2</sub>. Analizować w świetle widzialnym (porównanie R<sub>f</sub> rozkładu plam i ich barw). Zapisać wnioski.

Obserwacje: .....

.....

.....

.....

Wnioski: .....

.....

### 6. Reakcje mikrochemiczne (ćwiczenie indywidualne):

#### Reakcje osadowe alkaloidów (grupowe):

Na czterech szkiełkach zegarkowych umieścić po kilka kropeł wyciągu wzorcowego, zawierającego alkaloidy (*Cinchona corticis extractum*). Zakwasić kroplą 5% HCl. Na kolejne szkiełko nakropić odpowiednio: odczynnika Meyera, odczynnika Dragendorffa, płynu Lugola i roztworu taniny. Zaobserwowane zmiany zanotować.

odczynnik	1% wodny roztwór taniny	odczynnik Meyera	odczynnik Dragendorffa	odczynnik Lugola
-----------	-------------------------	------------------	------------------------	------------------

wynik reakcji

#### Reakcja Vitaliego (na obecność alkaloidów tropanowych):

Odparować do sucha w małej parowniczce kilka kropeł wyciągu (w przypadku otrzymania substancji roślinnej z rodziny *Solanaceae*) lub roztworu substancji wzorcowej (atropina, hioscyna).

Do suchej pozostałości dodać kilka kropeł (max. 0,5 mL) stężonego HNO<sub>3</sub> i odparować na łaźni wodnej lub nad palnikiem spirytusowym (pod dygestorium !).

Następnie dodać kilka kropeł 5% metanolowego roztworu KOH, a później kilka mL acetonu.

Fioletowe zabarwienie świadczy o obecności alkaloidów tropanowych w badanej próbce. Barwa nie jest trwałą.

Schematyczny przebieg reakcji Vitaliego (*wskaz barwny produkt*):

Wynik próby Vitaliego wykonanej na wyciągu z badanej substancji:

.....  
.....

Wniosek: .....

**7. Analiza mieszanki rozdrobnionych substancji roślinnych i proszku roślinnego (zakres ćwiczeń V-X, próba).**

1. substancja (*tac./pl.*).....  
gatunek / gatunki (*tac./pl.*) .....  
rodzina (*tac./pl.*).....

2. substancja (*tac./pl.*).....  
gatunek / gatunki (*tac./pl.*) .....  
rodzina (*tac./pl.*).....

3. substancja (*tac./pl.*).....  
gatunek / gatunki (*tac./pl.*) .....  
rodzina (*tac./pl.*).....

4. substancja (*tac./pl.*).....  
gatunek / gatunki (*tac./pl.*) .....  
rodzina (*tac./pl.*).....

5. substancja (*tac./pl.*).....  
gatunek / gatunki (*tac./pl.*) .....  
rodzina (*tac./pl.*).....

---

Obserwacja mikroskopowa sproszkowanej substancji roślinnej (*rysunek z opisem*):

Przeprowadzone reakcje mikrochemiczne i interpretacja ich wyników: .....

.....  
.....

Wniosek: analiza mikroskopowa wykazała, że otrzymaną sproszkowaną substancją roślinną jest:

substancja (*tac./pl.*).....  
gatunek / gatunki (*tac./pl.*) .....  
rodzina (*tac./pl.*).....