

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 przeświecającym. 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):

Okolo 1 g sproszkowanej **substancji roślinnej** zmieszać w kolbie kulistej z 15 mL 0,05 M/L H₂SO₄ (pierwsza osoba z pary) lub z 15 mL 0,05 M/L H₂SO₄ z dodatkiem rozkruszonej tabletki węgla aktywnego (druga osoba z pary). Ekstrahować pod chłodnicą zwrotną przez ok. 10 min. Przesączyć przez niewielki sączonek. Przesącz zalkalizować dodając kroplami 25% roztworu NH₃ (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 CHCl₃ lub CH₂Cl₂ (min. dwukrotnie). Połączone warstwy organiczne osuszyć bezwodnym Na₂SO₄. Przenieść do suchej i czystej kolby kulistej. Odparować na wyparce próżniowej (student 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.

grupa:

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 / CH₃COOEt / NH(Et)₂ = 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 NaNO₂. Analizować w świetle widzialnym (porównanie R_f 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 kropli 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 kropli wyciągu (w przypadku otrzymania substancji roślinnej z rodziny *Solanaceae*) lub roztworu substancji wzorcowej (atropina, hioscyna).Do suchej pozostałości dodać kilka kropli (max. 0,5 mL) stężonego HNO₃ i odparować na łaźni wodnej lub nad palnikiem spirytusowym (pod dygestorium !).

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

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

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).

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

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

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

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

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.*).....