

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

**ФИТОХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ
И СТАНДАРТИЗАЦИЯ
ЛЕКАРСТВЕННОГО РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ**

Учебно-методическое пособие

Воронеж
Издательский дом ВГУ
2017

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие.....	4
ТЕМА 1. Качественный анализ и количественное определение витаминов и полисахаридов в лекарственном растительном сырье.....	5
ТЕМА 2. Качественный анализ эфирных и жирных масел. Количественное определение эфирного масла в лекарственном растительном сырье.....	14
ТЕМА 3. Качественный и количественный анализ лекарственного растительного сырья, содержащего алкалоиды	35
ТЕМА 4. Качественный и количественный анализ лекарственного растительного сырья, содержащего сердечные гликозиды и сапонины	44
ТЕМА 5. Качественное и количественное определение антраценпроизводных в лекарственном растительном сырье.....	54
ТЕМА 6. Качественный и количественный анализ лекарственного растительного сырья, содержащего простые фенолы и дубильные вещества.....	61
ТЕМА 7. Качественное и количественное определение флавоноидов, кумаринов и хромонов в лекарственном растительном сырье	69
Библиографический список.....	77

3. Полученную смесь настаивают 10 мин, затем фильтруют через бумажный фильтр.

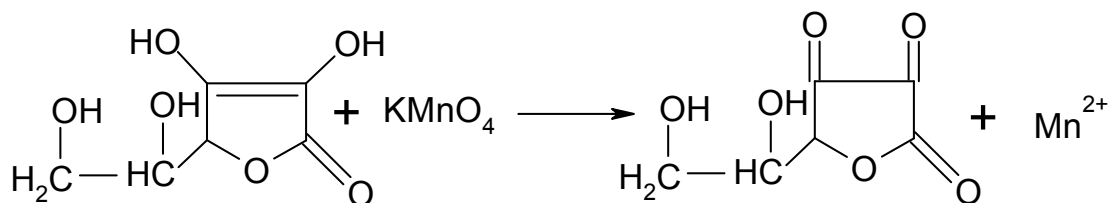
4. Фильтрат используют для проведения качественных реакций.

Задание 2. Качественное определение аскорбиновой кислоты в извлечении из растительного сырья

Определение аскорбиновой кислоты основано на ее высокой восстановительной способности. Проведите качественные реакции на присутствие аскорбиновой кислоты в извлечении из лекарственного растительного сырья и сделайте вывод.

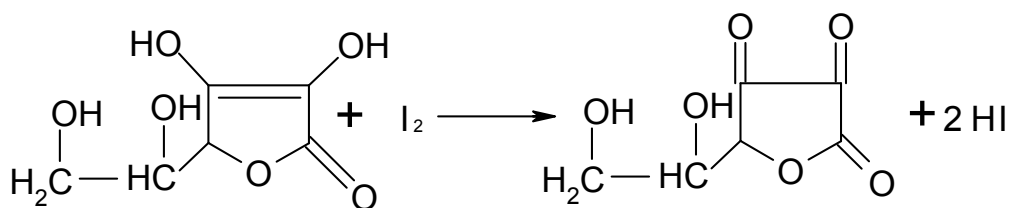
1. Реакция с калия перманганатом

К 1 мл реактива раствора перманганата калия по каплям добавляют извлечение из сырья, содержащее аскорбиновую кислоту. Наблюдают обесцвечивание раствора перманганата калия вследствие восстановления марганца до Mn^{2+} .



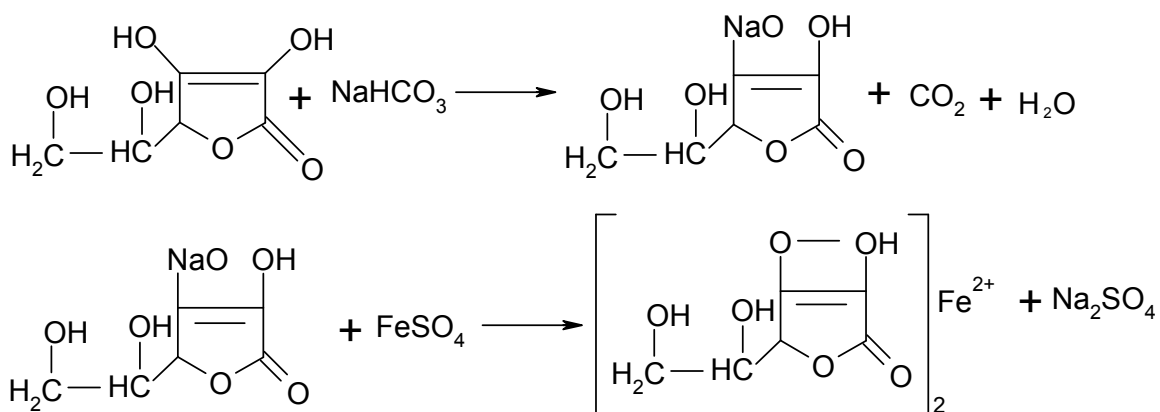
2. Реакция с раствором йода

К 1 мл реактива раствора йода по каплям добавляют извлечение из сырья, содержащее аскорбиновую кислоту. Наблюдают обесцвечивание раствора.



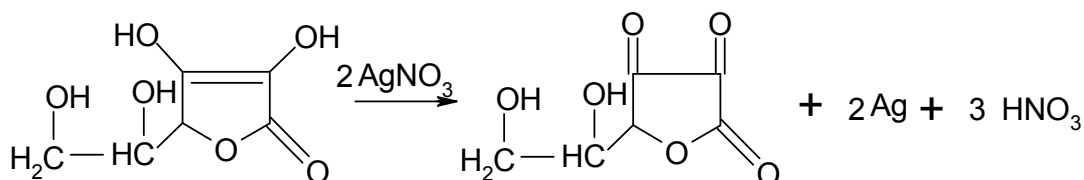
3. Реакция с солью железа (II)

К 1 мл извлечения добавляют 1 мл раствора гидрокарбоната натрия и 1 мл сульфата железа (II). Наблюдают образование аскорбината железа фиолетового цвета.



4. Реакция с раствором нитрата серебра

К извлечению прибавляют 1 мл раствора нитрата серебра, при этом выпадает осадок металлического серебра. При этом происходит восстановление серебра, а аскорбиновая кислота окисляется в кетоформу.



Задание 3. Хроматографическое определение аскорбиновой кислоты в плодах шиповника

Методика

1. В ступке измельчают 0,5 г плодов шиповника, заливают 5 мл воды, перемешивают, оставляют на 15 мин и фильтруют.
2. Полученное извлечение наносят капилляром на пластинку (один капилляр), рядом как свидетель наносят чистую аскорбиновую кислоту. Пластинку помещают в хроматографическую камеру с системой растворителей *этилацетат – ледяная уксусная кислота* (80:20).
3. Хроматографирование ведут 20 мин, после чего хроматограмму высушивают на воздухе и обрабатывают парами йода.
4. Рассчитывают значение R_f исследуемого вещества и свидетеля и делают вывод о содержании аскорбиновой кислоты в исследуемом извлечении.

Задание 4. Хроматографическое определение каротиноидов в плодах рябины обыкновенной

Методика

1. 1 г измельченных плодов рябины заливают 5 мл хлороформа в колбе вместимостью 25 мл, экстрагируют 1,5 часа.
2. Фильтруют и полученное извлечение наносят капилляром на пластинку.
3. Пластинку высушивают и помещают в одну из систем: бензол – этиловый спирт (80:20) или циклогексан – эфир (80:20).
4. Хроматограмму высушивают на воздухе и обрабатывают 10%-м раствором фосфорномолибденовой кислоты в этиловом спирте. После прогрева пластинки при температуре 60–80 °С каротиноиды проявляются в виде пятен синего цвета на желто-зеленом фоне.
5. Рассчитывают значение R_f исследуемого вещества и свидетеля и делают вывод о содержании каротиноидов в исследуемом извлечении.

Задание 5. Количественное определение аскорбиновой кислоты

Определите количественное содержание кислоты аскорбиновой в плодах шиповника по методу, предложенному в Государственной Фармакопее XI издания (ФС 38).

Методика

Из грубо измельченной аналитической пробы плодов берут навеску массой 20 г, помещают ее в фарфоровую ступку и тщательно растирают со стеклянным порошком (около 5 г), постепенно добавляя 300 мл воды, и настаивают 10 мин. Затем смесь размешивают и извлечение фильтруют.

В коническую колбу вместимостью 100 мл вносят 1 мл полученного фильтрата, 1 мл 2%-го раствора хлористоводородной кислоты, 13 мл воды, перемешивают и титруют из микробюретки раствором 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия (0,001 моль/л) до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30–60 секунд. Титрование продолжают не более 2 мин.

Содержание аскорбиновой кислоты в пересчете на абсолютно сухое сырье в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,000088 \cdot 300 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - W)},$$

где 0,000088 – количество аскорбиновой кислоты, соответствующее 1 мл раствора 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия (0,001 моль/л), г;

V – объем раствора 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия (0,001 моль/л), пошедшего на титрование, мл;

m – масса сырья, г;

W – потеря в массе при высушивании сырья, %.

* В случае интенсивного окрашивания фильтрата или высокого содержания в нем аскорбиновой кислоты [расход раствора 2,6-дихлорфенолиндифенолята натрия (0,001 моль/л) более 2 мл], обнаруженного пробным титрованием, исходное извлечение разбавляют водой в 2 раза или более.

Примечания. Приготовление раствора 2,6-дихлорфенолиндифенолята натрия (0,001 моль/л): 0,22 г 2,6-дихлорфенолиндифенолята натрия растворяют в 500 мл свежeproкипяченной и охлажденной воды при энергичном взбалтывании (для растворения навески раствор оставляют на ночь). Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки. Срок годности раствора не более 7 суток при условии хранения в холодном, темном месте.

Сделайте вывод о соответствии исследуемого сырья НД

Контрольные вопросы

1. Дайте определение понятия витамин.
2. Перечислите и охарактеризуйте классификации витаминов.
3. Напишите химические формулы витаминов (аскорбиновая кислота, ретинол, β -каротин, токоферол, филлохинон).
4. Охарактеризуйте физико-химические свойства витаминов.
5. Перечислите методы обнаружения витаминов на примере кислоты аскорбиновой и каротиноидов.
6. Обоснуйте метод количественного определения кислоты аскорбиновой в плодах шиповника. Укажите, как влияет количественное содержание кислоты аскорбиновой в сырье на его применение?

ЧАСТЬ 2. Анализ лекарственного растительного сырья, содержащего ПОЛИСАХАРИДЫ

Вопросы для самостоятельной подготовки к занятию

1. Дайте определение понятия полисахариды как группы биологически активных веществ.
2. Перечислите физико-химические свойства полисахаридов.
3. В каких областях медицины находят применения лекарственные средства, содержащие полисахариды?

4. Напишите формулы глюкозы, фруктозы, глюкуроновой кислоты.

5. Используя справочные материалы, заполните ниже представленную таблицу.

Основные группы полисахаридов	Сырьевые источники	Характеристика свойств	Использование в медицине
Крахмал			
Целлюлоза			
Инулин			
Пектины			
Камеди			
Слизи			
Альгиневые кислоты			

САМОСТОЯТЕЛЬНАЯ РАБОТА СТУДЕНТОВ НА ЗАНЯТИИ

Задание 1. Качественные реакции на полисахариды, проводимые на сухом сырье

Проведите предложенные качественные реакции, результаты экспериментов запишите в «Рабочую тетрадь» в виде предложенной таблицы.

№	ЛРС	Реактив	Результат реакции

1. Реакция на крахмал с раствором йода

Нанесите на порошок или срез корня алтея 2–3 капли раствора йода. При наличии крахмала должно наблюдаться сине-фиолетовое окрашивание.

2. Реакция на целлюлозу с раствором йода

На порошок целлюлозы (или кусок марли) наносят 1–2 капли раствора йода. Целлюлоза окрашивается раствором йода в коричневый цвет.

3. Реакция на слизи со щелочью

Нанесите на порошок или срез корня алтея 2–3 капли раствора едкого натра. Наличие слизи подтверждается появлением желтого окрашивания.