

Тема занятия:

«Качественный и количественный анализ лекарственного растительного сырья, содержащего различные группы биологически активных веществ (полисахариды)»

Цель:

1. Освоить методики качественного и количественного анализов лекарственного растительного сырья, содержащего полисахариды.
2. Научиться проводить качественные реакции на полисахариды с целью идентификации данной группы биологически активных веществ.
3. Научиться проводить количественный анализ полисахаридов методом спектрофотометрии.

Работа 1. Проведение качественного анализа на полисахариды лекарственного растительного сырья «Девясила британского корневища и корни».

Возьмите у преподавателя на анализ образец сырья.

Для идентификации полисахаридов (инулина) в лекарственном растительном сырье проведите следующие реакции:

1. При нанесении на поперечный срез корневища 2-3 капель раствора йода (реактив Люголя) не должно наблюдаться синего окрашивания.
2. При нанесении на поперечный срез 2-3 капель 20 % спиртового раствора альфа-нафтола и 1 капли кислоты серной концентрированной должно наблюдаться красно-фиолетовое или оранжево-красное окрашивание соответственно.

Результаты исследования оформите в виде протокола.

Работа 2. Определение влажности лекарственного растительного сырья «Девясила британского корневища и корни».

Возьмите у преподавателя на анализ образец сырья.

Проведите определение влажности и вычислите ее процентное содержание в исследуемом образце сырья.

Сравните полученный результат с данными фармакопейной статьи «Девясила британского корневища и корни». Сделайте вывод.

Результаты исследования оформите в виде протокола.

Работа 3. Проведение количественного анализа на полисахариды лекарственного растительного сырья «Девясила британского корневища и корни».

Изучите методику определения суммы полисахаридов (фруктозанов и фруктозы в пересчете на инулин) методом спектрофотометрии в лекарственном растительном сырье.

Возьмите у преподавателя на анализ образец сырья.

Проведите определение суммы полисахаридов согласно методике и вычислите их процентное содержание в исследуемом образце сырья.

Сравните полученный результат с данными фармакопейной статьи «Девясила британского корневища и корни». Сделайте вывод.

Результаты исследования оформите в виде протокола.

Протокол анализа лекарственного растительного сырья

Дата _____

Название ЛРС рус./лат. _____

Название производящего растения рус./лат. _____

Название семейства рус./лат. _____

Результаты качественных реакций:

Определение влажности:

Показатель влажности по нормативной документации:

Расчеты:

Количественное определение суммы фруктозанов и фруктозы в пересчете на инулин:

Стандартизация сырья по нормативной документации:

Расчеты:

Вывод: _____

Приложение 1

Методика количественного определения суммы полисахаридов (фруктозанов) методом спектрофотометрии

Для количественного определения суммы полисахаридов (фруктозанов) аналитическую пробу сырья измельчали до величины частиц, проходящих сквозь сито диаметром отверстий 1 мм. Около 1,0 г (точная навеска) измельченного сырья помещают в колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 60 мл воды и нагревают на кипящей водяной бане (с погружением колбы) в течение 45 мин, затем охлаждают при комнатной температуре в течение 5 мин.

Полученное извлечение фильтруют через вату в мерную колбу вместимостью 200 мл так, чтобы частицы сырья не попали на фильтр. Колбу промывают 10 мл воды и фильтруют в ту же колбу. Экстракцию водой повторяют еще дважды (первый раз нагревают 45 мин с 30 мл воды, второй раз - 15 мин с 30 мл воды), фильтруя извлечение в ту же мерную колбу. Затем сырье переносят на вату, колбу ополаскивают 10 мл воды, фильтруя смыв через вату. Вату со шротом отжимают. К полученному извлечению в мерную колбу прибавляют 1 мл свинца (II) ацетата раствора 10%, перемешивают и оставляют на 10 мин.

Затем в колбу добавляют 2 мл диатригидрофосфата безводного раствора 5%, перемешивают и оставляют на 5 мин. Затем объем раствора в колбе доводят водой до метки и перемешивают. Содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр, отбрасывая первые 10-15 мл фильтрата.

2 мл фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают (раствор А испытуемого раствора).

В каждую из двух конических колб вместимостью по 50 мл помещают по 5 мл резорцина спиртового раствора 0,1% и по 10 мл хлористоводородной кислоты 30%. Затем в первую колбу добавляют 5 мл раствора А испытуемого

раствора, во вторую 5 мл воды (раствор сравнения А). Обе колбы нагревают на водяной бане при температуре 80С в течение 20 мин, затем охлаждают до комнатной температуры. Содержимое колб количественно переносят в соответствующие мерные колбы вместимостью 25 мл и доводят объем растворов в них хлористоводородной кислотой 30% до метки, перемешивают (раствор Б испытуемого раствора, раствор сравнения Б).

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора Б на спектрофотометре при длине волны 483 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм относительно раствора сравнения Б.

Содержание суммы фруктозанов и фруктозы в пересчете на инулин в абсолютно сухом сырье в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$x = \frac{A \times 200 \times 100 \times 25 \times 100}{A_{1cm}^{1\%} \times \alpha \times 2 \times 5 \times (100 - W)} = \frac{A \times 5000000}{A_{1cm}^{1\%} \times \alpha \times (100 - W)}$$

где А – оптическая плотность раствор Б испытуемого раствора;

$A_{1cm}^{1\%}$ – удельный показатель поглощения продуктов реакции инулина с резорцином в кислой среде при длине волны 483 нм, равный 498;

α - навеска сырья, г;

W - потеря в массе при высушивании сырья в процентах.