

Зачет 11

Тема: Фитохимический анализ сырья, содержащего кумарины, хромоны, дубильные вещества, лигнаны.

1. Знать группу кумаринов, важнейшие физ.-хим. свойства, классификацию, методы выделения, методы качественного и количественного анализа.
2. Знать группы хромонов и лигнанов, важнейшие физико-хим. свойства, классификацию, методы выделения, качественного и количественного анализа.
3. Знать группу дубильных веществ, важнейшие физико-хим. свойства, классификацию, методы выделения, качественного и количественного анализа.
4. Знать основные структурные формулы кумаринов, хромонов, лигнанов и дубильных веществ.

Работа 1 Фитохимический анализ сырья, содержащего кумарины

1) Реакция диазотирования: к 1 мл извлечения + 3 мл 0,1N NaOH и нагреть на водяной бане. Смесь охладить и смешать с 1 мл свежереприготовленной р-ра диазосульфаниловой к-ты. Появление окрашивания от красно-оранжевого до вишнево-красного.

2) Лактонная проба.

В пробирку налить 1 мл извлечения + 0,5 мл 10% едкого или уксусного Na^+ и нагреть на водяной бане до кипения. В присутствии кумаринов наблюдается желтое окрашивание. Содержание пробирки охладить + 4 мл дистиллированной H_2O , 10% р-р HCl до кислой реакции по лакмусу. Появляется осадок или наблюдается помутнение р-ра.

3) Идентификация кумаринов методом бумажной хроматографии

Работа 2 Фитохимический анализ сырья, содержащего дубильные в-ва

1. Общие реакции:

а) Окисление иодатом. к 3-5 мл извлечения + 2-3 кап. 1% р-ра иодата на 10% р-ре NaCl. Появление осадка или муть от образовавшихся иодидов иодатов

б) Реакция с бихроматом калия. к 3-5 мл извлечения + 2-3 кап. 5% р-ра калия бихромата. При наличии танидов наблюдается потемнение р-ра или выделение желто-коричневого осадка

в) Окисление основным уксуснокислым свинцом. к 3-5 мл извлечения + р-р свинца основного уксуснокислого. Наблюдается выделение осадка

г) Реакция с р-ром Фолина-Денисо (смесь фосфоромolibденовой и фосформольбденовой к-ты) к 3-5 мл извлечения + 3-5 кап. р-ра и небольшое кол-во Na_2CO_3 . При наличии танидов

образуются вольфрамовая и молибденовая соли (устойчиво)

2. Реакции отликие групп таннидов

- Убедная реакция с солями трехвалентного железа: к 2-3 мл отвара + 3 кап. 1% раствора $FeCl_3$. Гидролизуемые дубильные вещества дают черно-синее окрашивание, а конденс. — черно-зеленое.
- Проба с браунной водой, к 5 мл извлечения + неск. капель H_2O_2 и доводим кислотность до кипения. Реак-ты устачиваются 2/3 5 мин. Конденс. дубильные вещества дают выпадение желто-оранжевого осадка. Гидролизуемые танниды образуют растворимые соединения.
- Проба со средним азехатом свинца в уксуснокислой среде. к 3 мл извлечения + 6 мл 10% р-ра уксусной кислоты и 3 мл 10% р-ра среднего азехата свинца. При помехе гидролизуемых таннидов выпадает белый осадок.
- Проба с формальдегидом и HCl (конц.). к 50 мл извлечения + 10 мл 40% р-ра формальдегида и 5 мл HCl конц. кипятить 30 мин. в колбе с обратным холодильником. Обр-ся кирпично-красный осадок.

Работа 3. Фитохимический анализ сырья, содержащего хромоны

- Реакция с 0,1% р-ром уранилацетата. При взаимодействии с 0,1% водным р-ром уранилацетата хромоны, в зависимости от структуры, образуют окрашенные р-ры (оранжевые, красные, фиолетовые) или белый осадок.
- Борно-лимонная реакция. Хромоны в отличие от флавоноидов, не дают реакцию со смесью борной и лимонной кислот.
- Тонкослойная хроматография.

Работа 4

- В коническую колбу вместимостью 25 мл помещают 0,5 г сырья элеутероидка колготого, измельченного до величины тесеты, проходящей сквозь сито с отверстиями 2 мм. + 10 мл горячей воды, нагревают в течение 5 мин. и фильтруют. к 1 мл полученного извлечения + неск. капель железа (III) хлорида 1%. Появляется зеленое окрашивание (полифенольные соединения).
- Тонкослойная хроматография.