**Тема: Качественные анализ лекарственного растительного сырья содержащего дубильные вещества, простые фенолы и антраценпроизводные.**

**Цель:** Овладеть методами выделения дубильных веществ, простых фенолов и антраценпроизводных из лекарственного растительного сырья. Научиться проводить качественные реакции на дубильные вещества, простые фенолы и антраценпроизводные в извлечениях из лекарственного растительного сырья.

**Вопросы исходного уровня**

1.Дубильные вещества. Классификация.

2.Физико-химические свойства дубильных веществ.

3.Выделение и методы анализа сырья, содержащего дубильные вещества.

4.Антраценпроизводные. Классификация.

5.Физико-химические свойства антраценпроизводных.

6.Выделение и методы анализа сырья, содержащего антраценпроизводные.

7. Простые фенолы. Классификация.

8. Физико-химические свойства простых фенолов.

9. Выделение и методы анализа сырья, содержащего простые фенолы.

**Указания к выполнению работы**

**Материал:** кора дуба, соплодия ольхи, жостера слабительного плоды, корни щавеля, корневища и корни марены, крушины ольховидной кора, листья брусники, листья толокнянки.

**Оборудование:** штативы, спиртовки, спички, фарфоровые чашки, пробирки, химические стаканы, воронки, фильтры, ГФ 11 вып. 2, ФС на ЛРС ГФ 13 изд.

**Реактивы:** раствор хлорного железа, раствор железоаммониевых квасцов, раствор свинца основного уксуснокислого, дистиллированная вода, 1 % раствор желатина, 10 % раствор натрия хлорида, 5 % раствор бихромата калия, раствор Фолина-Дениса (смесь фосфорномолибденовой и фосфорновольфрамовой кислот), натрия карбонат, 10 % уксусная кислота, 10 % ацетат свинца средний, 40 % раствор формальдегида, кристаллический ацетат натрия, 96% этиловый спирт, хлороформ, диазосульфаниловая кислота свежеприготовленная, 10 % р-р хлористоводородной кислоты, лакмусовая бумага, р-р аммиака, ацетат магния, этиловый спирт 95%, р-р желатина, 10% р-р NaCl, 5% р-р, HClконц, сульфат закисного железа (крист), натрий фосфорномолибденовокислый в соляной кислоте.

**Посуда:** пробирки, 2 колбы 100 мл, 6 химических стаканов 50 и 100 мл, делительная воронка 100 мл, пипетки, воронки, бумажные фильтры, водяная баня, обратный холодильник, фарфоровые чашки, чашки Петри, штативы, спиртовки, спички, колбы с пробками, лакмусовая бумага, вата, мерные цилиндры, лакмусовая бумага, стакан для слива, лоток для мусора.

**Работа 1. Анализ лекарственного растительного сырья, содержащего дубильные вещества.**

***Получение извлечения:*** 5 г измельченного сырья заливают 100 мл кипящей воды, нагревают на водяной бане в течение 15 мин, профильтровывают через складчатый фильтр. С полученным фильтратом проводят качественные реакции.

***1.Общие качественные реакции.***

а) ***Осаждение желатином*.** К 3-5 мл извлечения добавить 2-3 капли 1% раствора желатина в 10% растворе натрия хлорида. При наличии танидов появляется осадок или муть от образовавшихся желатинтаннатов (смотреть на черном фоне, сравнивая с отваром), растворимых в избытке реактива.

б) ***Реакция с бихроматом калия*.** К 3-5 мл извлечения добавить 2-3 капли 5% раствора калия бихромата. При наличии танидов наблюдается потемнение раствора или выпадение желто-коричневого осадка.

в) ***Осаждение основным уксуснокислым свинцом*.** К 3-5 мл извлечния добавить раствор свинца основного уксуснокислого. При наличии танидов выпадает осадок.

г) ***Реакция с раствором Фолина - Дениса*** (смесь фосфорномолибденовой и фосфорновольфрамовой кислот). К 3-5 мл извлечения добавляют 3-5 капель раствора Фолина-Дениса и небольшое количество натрия карбоната. При наличии танидов образуется вольфрамовая или молибденовая синь. Окраска устойчива. Эта реакция может быть использована для количественного определения дубильных веществ.

***2.Реакции отличия групп танидов.***

**а*) Цветная реакция с солями 3-х валентного железа***: к 2-3 мл отвара добавить 3 капли 1% раствора железоаммониевых квасцов. Гидролизуемые дубильные вещества дают черно-синее окрашивание, а конденсированные - черно-зеленое.

**б) *Проба со средним ацетатом свинца в уксуснокислой среде***. К 3 мл извлечения прибавить 6 мл 10% уксусной кислоты и 3 мл 10% раствора среднего уксуснокислого свинца. При наличии гидролизуемых танидов выпадает белый осадок. Осадок отфильтровать и к фильтрату добавить 10 капель 10 % раствора железоаммонийных квасцов и 0,5 г натрия ацетата (не встряхивать!). При наличии в сырье конденсированных дубильных веществ фильтрат окрашивается в черно-зеленый цвет.

**в) *Проба с формальдегидом и концентрированной соляной кислотой*.** К 50 мл извлечения прибавить 10 мл 40% раствора формальдегида и 5 мл концентрированной соляной кислоты, кипятить 30 минут в колбе с обратным холодильником. Следить, образуется ли кирпично-красный осадок; его появление свидетельствует о наличии галловой кислоты или дубильных веществ конденсированной группы. По охлаждении жидкость отфильтровать, налить в пробирку 10 мл, добавить 1 мл 1% раствора железоаммониевых квасцов и несколько кусочков ацетата натрия кристаллического или плавленного (после добавления ацетата натрия раствор не взбалтывать). При наличии дубильных веществ гидролизуемой группы жидкость возле кусочков ацетата натрия приобретает синее или фиолетовое окрашивание.

Сделать вывод о характере дубильных веществ в данном сырье.

**Работа 2. Качественные реакции на Кору дуба**

а) При смачивании внутренней поверхности коры каплей раствора железоаммониевых квасцов наблюдается черно-синее окрашивание.

б) Измельченную кору в количестве 0,1 г кипятят в течение 2-3 мин с 10 мл воды, охлаждают и фильтруют. К 1 мл фильтрата прибавляют 2-3 капли железо-аммониевых квасцов: наблюдается черно-синее окрашивание (дубильные вещества).

**Работа 3.** **Анализ лекарственного растительного сырья, содержащего антраценпроизводные.**

**а) Реакция Борнтрегера**

Реакция основана на способности окисленных форм антрацена давать вишнево-красное окрашивание со щелочью и аммиаком.

0,5 г измельченного сырья кипятят в течение 5 мин. в колбочке вместимостью 50 мл с 10 мл 10 % раствора щелочи. При этом происходит щелочной гидролиз антрагликозидов, окисление восстановленных форм и взаимодействие агликонов со щелочью с образованием красного окрашивания (антрахиноляты). В случае присутствия в растениях дубильных веществ, флавоноидов и пигментов извлечение может быть не красным, а бурым. К извлечению прибавляют 10 мл воды и фильтруют через вату в делительную воронку вместимостью 100 мл. Фильтрат подкисляют 10 % раствором хлористоводородной кислоты до слабо кислой реакции по лакмусу. При этом исчезает красное окрашивание, раствор становится мутным за счет выпадения в осадок агликонов антрахинонов, нерастворимых в воде. Затем прибавляют 10 мл хлороформа и содержимое делительной воронки взбалтывают. Агликоны растворяются в хлороформе, окрашивая его в желтый цвет. 3 мл хлороформного извлечения встряхивают в пробирке с равным объемом аммиака. При наличии антраценпроизводных аммиачный слой окрашивается в вишнево-красный цвет (за счет эмодина), а хлороформный слой остается окрашенным в желтый цвет (за счет хризофанола).

**б) Реакция с 1 % cпиртовым раствором ацетата магния**

Реакция основана на способности антраценпроизводных давать окрашенные комплексы с ацетатом магния; при этом 1,2- диоксипроизводные образуют фиолетовое окрашивание; 1,4- пурпурное; 1,6 и 1,8 - оранжево-красное.

1,0 г сырья помещают в колбочку вместимостью 50 мл со шлифом, добавляют 10 мл 95 % спирта и нагревают с обратным холодильником на кипящей бане 10 минут. Полученное извлечение охлаждают, фильтруют. К 1 мл спиртового извлечения добавляют несколько капель реактива.

Отметьте характер образовавшейся окраски и сделайте заключение о строении антраценпроизводных.

**в) Микросублимация**

Антраценпроизводные легко возгоняются при температуре 100°С и выше. Реакцию проводят в сухой пробирке или на предметном стекле. В пробирку или на предметное стекло помещают небольшое количество порошка коры крушины и нагревают на спиртовке или на плитке. Антраценпроизводные, возгоняясь, конденсируются на холодных стенках пробирки или на холодном предметном стекле, которым накрывают стекло с порошком при появлении дымка, в виде желтого налета. При воздействии на него 1 капли щелочи последний окрашивается в вишнево-красный цвет.

**Работа 4. Качественные реакции на крушины ольховидной кору.**

При смачивании внутренней поверхности коры или порошка коры 1 – 2 каплями натрия гидроксида раствора 10 % должно наблюдаться кроваво-красное окрашивание (антраценпроизводные).

**Работа 5. Анализ лекарственного растительного сырья, содержащего простые фенолы.**

Измельченные листья толокнянки или брусники в количестве 0,5 г прокипятите с 10 мл воды в течение 2-3 минут и профильтровать через бумажный фильтр.

**а) Реакция с натрием фосфорномолибденовокислым**

к 1 мл фильтрата (в фарфоровой чашке) прибавляют 4 мл раствора аммиака и по каплям 1 мл 10 % раствора натрия фосфорномолибденовокислого в хлористоводородной кислоте; появляется синее окрашивание (арбутин).

**б) Реакция с сульфатом закисного железа на листья толокнянки**

к 1 мл фильтрата прибавить небольшой кристаллик сульфата закисного железа; появляется красновато-фиолетовое, затем темно-фиолетовое окрашивание и, наконец, темно-фиолетовый осадок (арбутин).

**в) Реакция с железо-аммонийными квасцами**

к 2-3 мл фильтрата (в фарфоровой чашке) прибавляют 2-3 капли раствора железоаммониевых квасцов; появляется черно-синее или черно-зеленое окрашивание и осадок (дубильные вещества).

Запишите результаты реакций и сделайте вывод о наличии арбутина в анализируемом сырье.

**Вопросы для самоконтроля:**

1. Какими реакциями можно доказать наличие в сырье гидролизуемых таннидов?
2. Как осуществляется извлечение из лекарственного растительного сырья дубильных веществ?
3. Почему при обнаружении антраценпроизводных в сырье нельзя ограничиться только реакцией со щелочью в водном или спиртовом извлечении?
4. Какие методы извлечения антраценпроизводных вам известны?
5. Физико-химические свойства антраценпроизводных.