

Конспект занятий семинарского типа к тематическому блоку

«Фитохимический анализ лекарственного растительного сырья, содержащего горечи и сердечные гликозиды»

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ:

1. Научиться выделять из сердечные гликозиды из лекарственного растительного сырья.
2. Научиться проводить качественный анализ сырья, содержащего сердечные гликозиды.
3. Знать методы количественного анализа сырья, содержащего сердечные гликозиды.

ФОРМИРУЕМЫЕ КОМПЕТЕНЦИИ: ОК-1; ОК-2; ОПК-1; ОПК-7; ПК-1; ПК-18; ПК-21; ПК-22; ПК- 23

ВОПРОСЫ ИСХОДНОГО УРОВНЯ:

1. Химическая классификация горечей и сердечных гликозидов с использованием основных структурных формул.
2. Физико-химические свойства данных групп соединений.
3. Методы выделения из растительного сырья.
4. Качественный анализ сырья, содержащего горечи и сердечные гликозиды.
5. Методы количественного анализа сырья, содержащего горечи и сердечные гликозиды.

ХОД ЗАНЯТИЯ:

**НЕОБХОДИМО СОБЛЮДАТЬ ОСТОРОЖНОСТЬ!
СЫРЬЕ ХРАНИТСЯ ПО ПРАВИЛАМ ДЛЯ СИЛЬНОДЕЙСТВУЮЩЕГО И
ЯДОВИТОГО СЫРЬЯ!!!**

Работа 1. Качественный анализ лекарственного растительного сырья, содержащего горькие гликозиды

Подлинность сырья, содержащего горькие гликозиды, подтверждает органолептический контроль – горький вкус. Согласно современной нормативной документации оценку качества сырья по содержанию горечей не проводят. Для оценки качества сырья определяют вещества, сопутствующие горечам, иногда экстрактивные вещества.

Качественная реакция на горькие гликозиды:

Реакция Трим-Хилла. К водно-спиртовому извлечению прибавляют 1 мл смеси (1 мл конц. HCl + 2 мл 0,2 % CuSO₄ + 20 мл ледяной уксусной кислоты). При наличии иридоидов раствор окрашивается в голубой цвет.

Задание для студентов:

Провести качественную реакцию на инулин в корнях одуванчика.

Порошок корня одуванчика поместите на часовое стекло, добавьте несколько капель раствора Люголя для исключения наличия крахмала, затем на предметное стекло нанесите порошок корня и добавьте несколько капель реактива Молиша (спиртовой раствор α -нафтола или тимола), размешайте стеклянной палочкой, затем добавьте 1-2 капли концентрированной серной кислоты. Появляется розовое окрашивание.

Работа 2. Качественный анализ сырья, содержащего сердечные гликозиды.

Задание для студентов:

Ознакомиться с методикой извлечения сердечных гликозидов из сырья: 10г воздушно-сухого измельченного сырья заливают 100мл 20% спирта и оставляют настаиваться в течение ночи. Водно-спиртовое извлечение отфильтровывают; фильтрат обрабатывают 10% раствором среднего ацетата свинца до полноты осаждения балластных веществ. Осадок свинцовых солей отделяют фильтрованием. Фильтрат освобождают от избытка ионов свинца добавлением насыщенного раствора сульфата натрия и вновь фильтруют. Очищенное извлечение переносят в делительную воронку и гликозиды извлекают спирто-хлороформной смесью (1:3) путем встряхивания в течении 2-3 минут с равным объемом названной смеси. Спирто-хлороформные извлечения высушивают 12 часов над безводным сульфатом натрия, затем растворитель отгоняют на водяной бане. Сухой остаток гликозидов растворяют в 5мл спирта (абсолютного) и этот раствор используют для проведения качественной реакции.

Провести качественный анализ на сердечные гликозиды.

Реакции на стероидный цикл:

Реакция Либермана-Бурхарда: 0,5-1,0 мл извлечения выпаривают на водяной бане досуха в фарфоровой чашке. К остатку добавляют 10 капель свежеприготовленного уксусного ангидрида и по стенке 1-2 капли концентрированной серной кислоты. Образуется быстропроходящее красновато-оранжевое окрашивание (карденолиды) или голубое (буфадиенолиды).

Реакции на ненасыщенное лактонное кольцо:

Реакция Балье: к 0,5 мл извлечения добавляют 5 капель 1% спиртового раствора пикриновой кислоты и 2 капли 10% раствора едкого натрия. Жидкость окрашивается в оранжевый цвет. Подобные окрашивания могут давать свободные сахара, но окраска в этом случае развивается лишь через 15-20 минут.

Реакция Легалья: готовят два раствора: 1-5 % раствор нитропруссиды натрия, 2 - 10 % раствор едкого натра. Сухой остаток очищенного извлечения растворяют в 0,5 мл 100 % метилового спирта. Полученный раствор вливают в пробирку и добавляют 1-2 капли раствора 1. Затем осторожно (не взбалтывая) по стенке добавляют 1-2 капли раствора 2. На границе двух растворов появляется красное окрашивание в виде кольца.

Реакции на углеводную часть гликозида:

Реакция Молиша: к 0,5 мл извлечения добавляют 1-2 капли свежеприготовленного 20% спиртового раствора альфа-нафтола и осторожно по стенке пробирки наливают

равный объем концентрированной серной кислоты. Появление кармино-красного окрашивания на границе слоев свидетельствует о наличии гликозидов.

Реакция Келлер-Килиани: к 0,5 мл извлечения добавляют 1 мл ледяной уксусной кислоты, содержащей 0,05% хлорида железа, перемешивают, и полученный раствор наслаивают на равный объем концентрированной серной кислоты. На границе соприкосновения жидкостей появляется красно-коричневое кольцо, а выше над кольцом, через несколько минут, появляется сине-зеленое окрашивание.

Результаты проведенных реакций оформите в виде таблицы:

ЛРС	Реакция	Эффект
Листья ландыша	Либермана-Бурхарда	быстропроходящее красновато-оранжевое окрашивание (карденолиды); голубое (буфадиенолиды)
	Балье	оранжевое окрашивание
	Легалья	красное кольцо на границе двух растворов
	Молиша	кармино-красное окрашивание
	Келлер-Килиани	на границе растворов красно-коричневое кольцо, через несколько минут появляется сине-зеленое окрашивание.