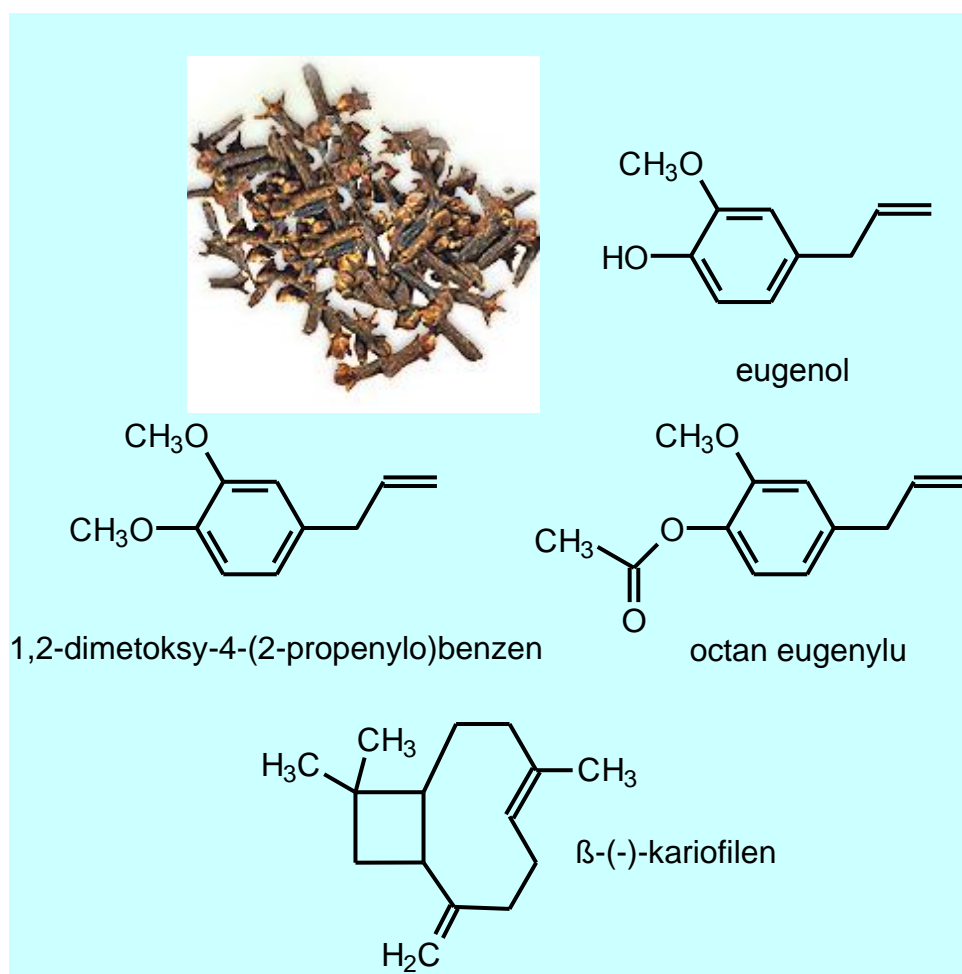


IZOLACJA EUGENOLU Z GOŹDZIKÓW

Przed wykonaniem ćwiczenia należy samodzielnie przygotować WYCIĄGI Z KART CHARAKTERYSTYKI SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNEJ według wzoru dla ćwiczeń z bazy podstawowej. Jeżeli w bazie nie ma opisu wykorzystywanej substancji, to należy skorzystać z elektronicznych baz danych, w których są udostępniane karty MSDS (np. www.sigmaaldrich.pl; www.poch.com.pl).

Olejek goździkowy (*oleum caryophylli*) jest otrzymywany przez destylację z parą wodną wysuszonych pączków kwiatowych goździkowca wonnego (*Eugenia caryophyllata*) czyli popularnych goździków. Głównym składnikiem olejku jest eugenol [2-metoksy-4-(2-propenylo)fenol] (70–90%), 1,2-dimetoksy-4-(2-propenylo)benzen (2–12%), octan eugenolu (3–10%) i terpen β -(-)-kariofilen. Olejek goździkowy ma działanie przeciwbakteryjne i przeciwgrzybicze, działa także miejscowo znieczulająco.



Część doświadczalna

Odczynniki:

suszone goździki	10 g
chlerek metylenu	60 cm ³
wodorotlenek sodu (roztwór 5%)	45 cm ³ (należy sporządzić samodzielnie)
kwas chlorowodorowy	
siarczan(VI) magnezu bezw.	
płytkę do TLC pokrytą SiO ₂	
chloroform do TLC	

Destylacja z parą wodną

W kolbie o pojemności 500 cm³ połączonej poprzez nasadkę do destylacji z parą wodną z kociołkiem i z chłodnicą umieszcza się 10 g utartych w moździerz (lub zmielonych) goździków i 250 cm³ wody. Wodę w kociołku oraz zawartość kolby ogrzewa się energicznie, prowadząc destylację z parą wodną. Po zebraniu ok. 200 cm³ destylatu, proces można zakończyć.

Ekstrakcja

UWAGA: Praca z odczynniki toksycznymi. Obowiązują rękawice ochronne i praca pod wyciągiem!

Otrzymany destylat chłodzi się zimną wodą, przenosi do rozdzielacza i ekstrahuje dwukrotnie chlorkiem metylenu (porcjami po ok. 20 cm³).¹ Ok. 0,5 cm³ otrzymanego roztworu w chlorku metylenu z pierwszej ekstrakcji pozostawia się do analizy TLC (roztwór A; najwygodniej jest umieścić go w zamykanej probówce Eppendorfa z odrobiną bezw. siarczanu magnezu). Połączone roztwory organiczne zawraca się do rozdzielacza i trzykrotnie ekstrahuje roztworem wodorotlenku sodu, porcjami po 15 cm³. Roztwór organiczny oddziela się, suszy nad bezw. siarczanem magnezu i pozostawia do analizy TLC (roztwór B). Połączone ekstrakty wodne ostrożnie zakwasza się stęż. kwasem chlorowodorowym i ponownie poddaje ekstrakcji chlorkiem metylenu – dwukrotnie porcjami po ok. 10 cm³. Roztwór organiczny oddziela się, suszy nad bezw. siarczanem magnezu i pozostawia do analizy TLC (roztwór C).²

Analiza TLC

Na płytkę chromatograficzną pokrytą żelem krzemionkowym nanosi się roztwory A, B, C oraz roztwór wzorcowy eugenolu (jeśli jest dostępny). Przed rozwinięciem chromatografu w komorze z chloroformem, należy upewnić się, obserwując płytkę pod lampą UV, że wszystkie plamki są dobrze widoczne. Po rozwinięciu chromatografu ponownie płytkę obserwuje się pod lampą UV i zaznacza

¹ Fazę wodną wylewa się do zlewu pod dygestorium.

² Warstwę wodną umieszcza się w pojemniku **W-Z**

A. Czarny, B. Kawalek, A. Kolasa, P. Milart, B. Rys, J. Wilamowski - *Ćwiczenia laboratoryjne z chemii organicznej 2012/13*
widoczne na płytce plamki ołówkiem. Na podstawie uzyskanych wyników należy wyciągnąć wnioski
odnośnie składu olejku goździkowego (roztwór A), oraz jednorodności (czystości) składników zawartych w
roztworach B i C.

Izolacja i próba identyfikacji głównych składników olejku goździkowego

Osuszone nad bezwodnym siarczanem(VI) magnezu roztwory B i C odsąca się od środka
suszącego, a rozpuszczalnik usuwa się na wyparce obrotowej (z każdego roztworu w osobnej kolbie!).³
Kolby użyte do oddestylowania rozpuszczalnika powinny być uprzednio zważone. Po odparowaniu
rozpuszczalnika kolby wraz z pozostałością waży się ponownie. Oleistą pozostałość przenosi się z kolb do
próbówek Eppendorfa i przekazuje do zarejestrowania widm IR. Na ich podstawie należy:

- określić, w której z frakcji (B czy C) znajdował się eugenol,
- oszacować jego czystość i zawartość w materiale roślinnym,
- wysunąć przypuszczenia, jaki składnik (składniki) znajdowały się w drugiej frakcji i oszacować ich
zawartość w goździkach.

³ Destylat umieszcza się w pojemniku **F**