

Государственное бюджетное образовательное учреждение
«Центр дополнительного образования «Малая академия наук»
Центр выявления и поддержки одаренных детей
города Севастополя «Альтаир»

Номинация: «Прикладная химия и биотехнологии»

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСТРАКЦИИ МЕНТОЛА ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ

Работу выполнила:

Иващенко Дарья Романовна,
учащаяся творческого объединения
«Экспериментальная химия», ГБОУ
ЦДО «Малая академия наук», лицей-
предуниверсарий, 10 класс;

Научный руководитель:

Черкашина Наталья Игоревна,
педагог дополнительного образования
ГБОУ ЦДО «Малая академия наук»,
к.т.н., доцент СевГУ

Севастополь 2023

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
РАЗДЕЛ 1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ	6
1.1 Основные положения процесса экстракции	6
1.2 Основные характеристики мяты перечной	8
1.3 Исследование физико-химических характеристик исследуемого сырья	9
РАЗДЕЛ 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	12
2.1 Выбор сырья для исследования	12
2.2 Последовательность проведения однократной экстракции экспресс-методом	13
2.3 Абсорбционная спектроскопия	15
РАЗДЕЛ 3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ	17
3.1 Результаты определения качества растительного сырья	21
3.2 Результаты исследований эффективности экстракции ментола и его гомологов из растительного сырья	22
ВЫВОДЫ	25
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	27

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность проблемы. В фармацевтической промышленности на данном этапе предлагают много лекарственных средств на основе ментола, которые используются в препаратах безрецептурной группы.

Эти препараты предназначены для снятия мышечных болей, лечения ревматизма, простуды, в косметических средствах и средствах для ухода за полостью рта и т.д. Охлаждающее действие ментола на кожные рецепторы помогает снять раздражение и зуд при аллергии. Лекарственные средства (валидол, корвалол, меновазин), средства для освежения дыхания, легкий местный анестетик, антисептик. В пищевой промышленности ментол и мятное масло используются в качестве ароматизаторов карамели и кондитерских изделий.

Производители средств на основе лекарственного сырья предлагают различные варианты настоек и целебных эмульсий с использованием различных экстрагентов в широком диапазоне концентраций. На процесс извлечения ментола и его гомологов, которыми богата перечная мята виляет множество факторов: свойства экстрагента и выделяемого компонента, скорость, время и интенсивность процесса, температурный режим и ряд других показателей. Для каждого вида растительного сырья характерны свои особенности, которые требуют отдельных исследований и выявления закономерностей процесса для получения качественного продукта.

Цель и задачи исследования. Цель работы – определить показатели для эффективного извлечения сырья на основе мяты перечной, методом экстракции.

Цель работы определила следующие задачи:

– исследовать основные факторы процесса экстракции растительного сырья;

- выбрать для максимального извлечения лекарственных компонентов оптимальный вид сырья и определить его качество;
- изучить свойства основных составляющих мяты перечной: ментола, его стереоизомеров и других терпеноидов;
- изучить принцип и порядок работы основных приборов для исследования качества лекарственного сырья на основе мяты перечной;
- произвести анализ полученных результатов, выбрать оптимальную концентрацию экстрагента и температурный режим процесса экстракции;
- на основе особенностей химических свойств ментола разработать методику для определения концентрации ментола, его стереоизомеров и других терпеноидов в процессе экстракции;
- предложить рекомендации для потребителя по выбору качественного лекарственного продукта.

Объект исследования – факторы влияющие на процесс извлечения ментола, его стереоизомеров и других терпеноидов при экстракционном выделении.

Предмет исследования – мята перечная.

Методы исследования – гравиметрический метод (определение экстрактивных веществ в экстрактах мяты перечной); фотоколориметрический (определение концентрации ментола в экстракте).

Научная новизна полученных результатов. Получены новые данные выбору оптимальной концентрации экстрагента и температурного режима экстракционного извлечения ментола из растительного сырья, предложен метод определения концентрации выделенных терпеноидов фотоколориметрическим методом.

Практическое значение полученных результатов. Полученные результаты могут использоваться для производства экстракта с максимальным процентом выделения лекарственных веществ из растительного сырья. Апробированный метод определения суммарной

концентрации ментола и его гомологов с помощью фотоколориметра может использоваться для определения терпеноидов в экстракционной смеси.

Связь работы с научными программами. Научная работа выполнена на кафедре «Химия и химические технологии» в рамках работы творческого объединения «Экспериментальная химия».

Личный вклад учащегося. Иващенко Д. Р. принимала непосредственное участие в выборе темы «Исследование экстракции ментола из растительного сырья»: осваивала гравиметрический, фотоколориметрический метод для анализа экстракционного процесса. Подготовка посуды, а также проведение экспериментов проводились учащейся самостоятельно под руководством Черкашиной Н. И. Обработка полученных данных, а также интерпретация результатов выполнены лично согласно инструкциям научного руководителя.

Структура и объём работы. Научная работа изложена на 27 страниц машинописного текста, состоит из введения, трёх разделов, выводов, списка литературы, который содержит 14 источников. Текст работы иллюстрирован 3 таблицами, 6 рисунками.

РАЗДЕЛ 1

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

1.1 Основные положения процесса экстракции

Экстракция это один из методов извлечения ценных компонентов из сухого сырья или раствора помощью экстрагента, который не смешивается с исходной смесью. Экстракты широко используются в фармацевтической практике, как самостоятельная лекарственная форма, так и в составе других лекарственных форм. Экстракты представляют собой концентрированные извлечения из растительного сырья (РС). В зависимости от используемого экстрагента различают водные экстракты, спиртовые, эфирные, масляные и полученные с помощью сжиженных газов [1].

Жидкие экстракты бывают только спиртовыми, остальные могут быть спиртовыми, водными, эфирными и др. Жидкие экстракты – это водноспиртовое извлечение из ЛРС, одна или две части которого по массе или объему эквивалентны одной части исходного сырья [1]. Жидкие экстракты обладают некоторыми преимуществами:

- одинаковые соотношения между действующими веществами;
- удобство отделения малого объема раствора;
- возможность получения без выпаривания концентрированных экстрактов, которые будут содержать летучие вещества (эфирные масла).

Недостатки жидких экстрактов:

- в экстракте находятся сопутствующие вещества, извлеченные из сырья;
- могут выпасть осадки при незначительном повышении температуры или частичном испарении экстрагента;
- хранении при температуре 15 – 20°C;
- содержат большие объемы экстрагента.

Процесс экстрагирования высушенного растительного сырья относится к массообменным процессам в системе твердое тело – жидкость и включает следующие стадии [1]:

- проникновение экстрагента в растительную клетку;
- смачивание веществ, находящихся внутри клетки;
- растворение веществ, находящихся на клеточных стенках или в виде высохших кусочков внутри клеток и смыв веществ из разрушенных клеток и открытых пор;
- массоперенос веществ через пористые клеточные стенки путем молекулярной диффузии;
- массоперенос веществ от поверхности материала в раствор.

На процесс экстрагирования растительного сырья оказывает влияние ряд факторов, которые необходимо учитывать при выборе условий экстрагирования:

- строение растительного сырья;
- степень измельчения растительного материала;
- температурный режим и длительность экстракции;
- физико-химические свойства экстрагента и другие условия в зависимости от типа экстракции.

Температурный режим необходимо подбирать в зависимости от характера РС. Под влиянием температуры усиливается процесс диффузии и материал быстрее набухает, что может привести к разрыву клеток, может привести к разрушению веществ, ухудшению растворимости или испарению некоторых веществ (эфирные масла) [1].

Количество вещества, продиффундировавшего через слой сырья прямо пропорционально длительности процесса, вместе с извлекаемым компонентом могут переходить и сопутствующие вещества.

Выбор оптимального экстрагента имеет большое значение. К экстрагентам предъявляются следующие требования:

- экстрагенты должны обладать избирательностью, максимально извлекать необходимый компонент;
- экстрагенты должны хорошо смачивать растительный материал, обладать необходимым свойством для проникновения через клеточные стенки;
- экстрагенты не должны вступать в химическое взаимодействие с лекарственными веществами и не изменять их свойств;
- экстрагенты должны быть безопасными (не горючими, не взрывоопасными) и не должны оказывать вредных воздействий на организм;
- экстрагенты должны быть дешевыми, доступными, экономичными [1].

К наиболее распространенным экстрагентам относятся вода очищенная, спирт этиловый, а также сжиженные газы.

1.2 Основные характеристики мяты перечной

Мята перечная (*Mentha piperita* L.) – многолетнее травянистое растение. Вид семейства яснотковые (*Lamiaceae*) [2]. Лекарственным растительным сырьем являются листья, которые включают в состав до 3% эфирных масел (не менее 1%). Основной компонент эфирного масла – ментол (от 50% до 65%) [3].

Благодаря содержанию полифенолов в составе, мята усиливает не только внешнюю секрецию печени, изменяя свойства желчи, а также является спазмолитиком, она рефлекторно улучшает кровообращение в сосудах мозга и сердца [7]. Из мяты производится множество лекарств, лекарственное растительное сырье также положительно влияет на мозговую активность и улучшает память [4]. Доказано антимикробное, спазмолитическое, тонизирующее, анальгезирующее действие эфирного масла мяты перечной [5]. В настоящий момент предлагаются новые препараты и композиции, содержащие как листья мяты перечной, так и эфирное масло и ментол [5, 6]. Особое внимание уделяется воздействию

данного лекарственного растительного сырья на центральную нервную систему, как седативное, так и тонизирующее действие эфирного масла мяты перечной [4].

Настойка мяты перечной по качественным и количественным показателям характеризуется наличием ментола, впервые была зарегистрирована в российской Федерации как лекарственное средство в 1971 году, регистрационный номер 71/145/52. Все известные препараты на основе листьев мяты перечной обладают достаточной концентрацией извлеченных из растения веществ, а также определенным количеством содержащегося в нем ментола [7]. Рассмотрев различные патенты на изобретения а также методики экстракции лекарственного сырья на основе мяты перечной были выявлены следующие закономерности [8– 9]:

- наиболее распространённый экстрагент – этиловый спирт;
- концентрация экстрагента колеблется от 70% до 96%;
- не исследовали влияние температурных режимов на эффективность процесса.

1.3 Исследование физико-химических характеристик исследуемого сырья

Химический состав мяты перечной. Листья мяты перечной содержат эфирное масло (2,5– 4,5 %), состоящее из ментола и его эфиров, главным образом эфиров изовалериановой и уксусной кислот, а также аскорбиновую кислоту, рутин, каротин. Основу эфирного масла мяты перечной составляют ментол, α -пинен, лимонен, цинеол, дипентен, пулегон, β -фелландрен и другие терпеноиды. Кроме того, в листьях содержатся органические кислоты, дубильные вещества, флавоноиды, каротин, бетаин, гесперидин, микроэлементы (медь, марганец, стронций и др.) и другие химические соединения [7].

Официальным лекарственным растительным сырьем мяты перечной, вошедшим в Государственную Фармакопею Российской Федерации,

являются листья мяты перечной, которые представлены цельным измельченным сырьем и порошком. Результаты по содержанию компонентов мяты ментольного типа представлены очень широко изучены и представлены в работе [7], основные соединения (0,5 % и более), которые переходят в спиртовой экстракт из мяты перечной представлены в таблице 1.1.

Таблица 1.1

Содержание компонентов в спиртовом экстракте мяты перечной и растительном сырье

Соединения в спиртовом экстракте мяты	%	Содержание в растительном сырье, %
Лимонен, C ₁₀ H ₁₆	0.75	1.3
1,8-цинеол, C ₁₀ H ₁₈ O	3.29	3.5– 14
Линалоол, C ₁₀ H ₁₈ O	0.69	0.2– 0.8
Ментон (сумма стереоизомеров) C ₁₀ H ₁₈ O	18.65	14– 33
Карвон, C ₁₀ H ₁₄ O	1.2	12– 13
Ментол (сумма стереоизомеров) C ₁₀ H ₂₀ O	52.55	33– 55%
Ментофуран C ₁₀ H ₁₄ O	1.02	1– 9
Пиперитон C ₁₀ H ₁₆ O	0.79	0.7– 1.2

Измельченное сырье представляет собой кусочки листьев, стеблей, цветков и бутонов, размер не превышает 5 мм (проходящих сквозь сито с отверстиями размером 5 мм) [10]. Цвет зеленый с фиолетовыми или черными включениями. Запах сырья ароматный, сильный, вкус сырья охлаждающий. Порошок – кусочки стеблей, листьев, цветков и бутонов, проходящих сквозь сито (отверстия 2 мм), состоящие из фрагментов листовых пластинок, чашечки и венчика [10]. Цвет сырья чаще всего зелено-фиолетовый, запах ароматно-сильный, вкус охлаждающе-жгучий.

РАЗДЕЛ 2

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Выбор сырья для исследования

Для сравнения было взято влажное и сухое сырье, а также в качестве экстрагентов были выбраны этанол различной концентрации (50, 70, 90 %), оливковое масло с 0,1Н раствором азотной кислоты.

Влажное и сухое растительное сырье тщательно измельчалось, до однородной массы, затем процедура для видов сырья была одинаковой:

- 1 г сырья замачивали в 100 мл;
- перемешивали в течении 1 ч электромагнитной мешалкой;
- настаивали в течении 7 суток в отсутствии солнечного света;
- фильтруют через фильтр белая лента.

Результаты полученных экстрактов представлены на рис 2.1.

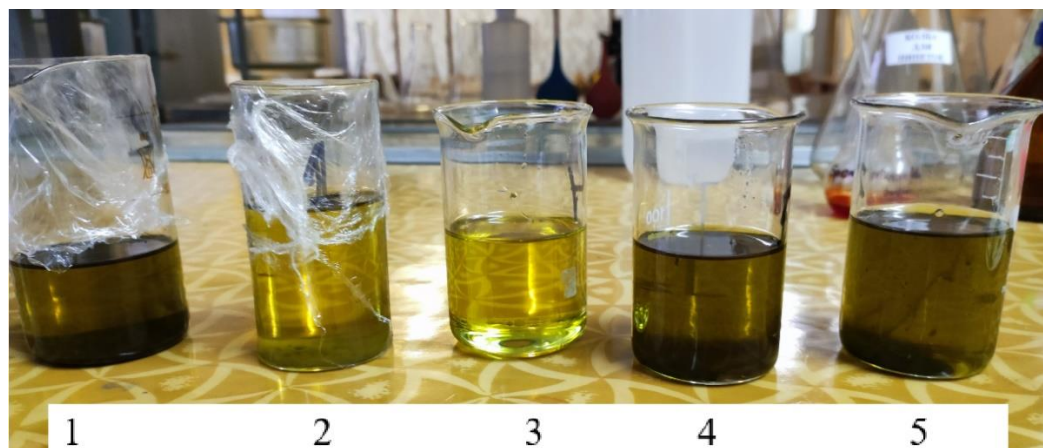


Рис. 2.1 Растворы экстрактов мяты перечной до фильтрации

По результатам предварительных исследований выявлено, что ментол и его гомологи гораздо эффективней переходят в экстракт из сухого сырья, а также в спиртовые растворы. Как видно из примера результатов исследования образцы 2 и 3 получены из влажного сырья с использованием в качестве экстрагента оливковое масло с 0,1Н раствором азотной кислоты.

Образцы 1, 4, 5 были получены при помощи спиртовых растворов соответствующей концентрации: 90 %, 70 %, 50 %, но тоже не содержали достаточное количество ментола или других лекарственных экстрактивных веществ, поэтому очевидно, что для получения эффективного результата необходимо ввести дополнительный фактор повышения интенсивности концентрации выделяемого компонента- температура процесса.

Перед проведением процесса экстрагирования РС подвергается определенной подготовке:

- стандартизация РС по содержанию биологически активных веществ;
- определение влажности РС;
- определение технологических свойств ЛРС.

Содержание в сырье биологически активных веществ позволяет оценить степень экстрагируемости РС и рассчитать количество получаемого экстракта. Определение влажности РС необходимо, так как она может достигать 10 – 12% и ее необходимо учитывать при расчетах [7, 11]. Для проведения процесса экстрагирования и его расчета необходимо знать свойства РС, т.е. доброкачественность РС, или чистота сырья, которая определяется по числовым показателям (зольность, влажность, содержание экстрактивных веществ). Также к показателям качества сырья относятся влажность, зольность.

2.2 Последовательность проведения однократной экстракции экспресс-методом

Около 1 г (точная навеска) измельченного лекарственного растительного сырья (мята перечная), просеянного сквозь сито с отверстиями размером 1 мм, помещают в коническую колбу вместимостью 200 – 250 мл, прибавляют 50 мл раствора этанола концентрацией 50, 70, 90 %, колбу закрывают пробкой, взвешивают (с погрешностью $\pm 0,01$ г) и оставляют на 1 ч. Затем колбу соединяют с обратным холодильником, нагревают,

поддерживая слабое кипение в течение 2 ч [12]. После охлаждения колбу с содержимым вновь закрывают той же пробкой и взвешивают. Потерю в массе содержимого колбы восполняют тем же растворителем [12]. Содержимое колбы тщательно взбалтывают и фильтруют через сухой бумажный фильтр в сухую колбу вместимостью 100 мл. 25,0 мл полученного фильтрата пипеткой переносят в предварительно высушенную при температуре от 100 до 105 °С до постоянной массы и точно взвешенную фарфоровую чашку диаметром 7 – 9 см и выпаривают содержимое на водяной бане досуха [12]. Чашку с сухим остатком сушат при температуре от 100 до 105 °С до постоянной массы, охлаждают в течение 30 мин в эксикаторе и немедленно взвешивают [12].

Содержание экстрактивных веществ в абсолютно сухом лекарственном растительном сырье/препарате в процентах (X) вычисляют по формуле [12]:

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot 100 \cdot V}{a \cdot (100 - W) \cdot 25} \quad (2.1)$$

где m – масса сухого остатка, г;

a – навеска лекарственного растительного сырья, г;

V – объем экстрагента, используемый при однократной обработке лекарственного растительного сырья/препарата, мл,

W – влажность лекарственного растительного сырья, % .

Определяли влажность растительного сырья в соответствии с методикой [13]. Результаты приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1

Содержание экстрактивных веществ в мг в абсолютно сухом лекарственном растительном сырье в зависимости от температуры раствора от 50–90 °С и концентрации этанола (экстрагента: 90 %, 70 %, 50 %)

Раствор этанола, %	50	70	90
Температура, °С			
50	4,2	7,5	8,9

60	6,5	9,7	10,2
70	8,1	10,3	10,8
80	8,5	11,5	11,7
90	8,8	12,3	12,3

Как видно из таблицы максимальное количество экстрактивных веществ, основные из которых приведены в таблице 1, были получены при температуре 80–90 °С преимущественно в растворе 70% этанола. В применяемом экспресс методе использовался 1 г мяты перечной, а экстракция проводилась без настаивания 7 суток без доступа солнечного света.

2.3 Абсорбционная спектроскопия

Основной закон светопоглощения (закон Бугера-Ламберта-Бера) Абсорбционный метод заключается в определении ослабления интенсивности (мощности) потока излучения при прохождении его через поглощающую среду известной толщины.

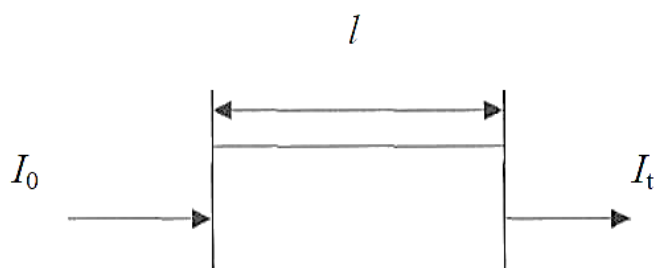


Рис. 2.2 Иллюстрация закона Бугера-Ламберта-Бера (прохождение света через светопоглощающий раствор)

Поток света с интенсивностью I_0 , проходящий через светопоглощающий раствор с толщиной l , рассеивается, преломляется, но большая его часть поглощается. Из раствора выходит поток I_t , интенсивность которого меньше I_0 . При прохождении монохроматического излучения через раствор, содержащий поглощающее вещество, поток излучения ослабляется тем сильнее, чем больше энергии поглощают частицы этого вещества.

Понижение I зависит от концентрации вещества и длины пути, проходимого излучением (толщины слоя).

Эта зависимость выражается законом Бугера-Ламберта-Бера (основным законом светопоглощения).

Концентрацию исследуемого компонента находят по закону Бугера-Ламберта-Бера [14]:

$$I = I_0 \cdot 10^{-kCl} \quad (2.2)$$

где I_0 – интенсивность падающего потока;

I_t – интенсивность потока, прошедшего через раствор;

C – молярная концентрация раствора (моль/л);

l – толщина поглощающего слоя (см);

k – коэффициент светопоглощения (зависит от природы растворенного вещества, растворителя, температуры и длины волны).

Величина $-\lg(I_t/I_0)$ называется абсорбцией, или оптической плотностью A . Тогда основной закон светопоглощения принимает форму [14]:

$$A = k \cdot l \cdot C \quad (2.3).$$

Если концентрация раствора выражена в моль/л, а толщина поглощающего слоя в см, то коэффициент $k = \varepsilon$, и основной закон светопоглощения принимает вид [14]:

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot C \quad (2.4)$$

где ε – молярный коэффициент поглощения.

Физический смысл ε : при $C = 1$ моль/л и толщине слоя $l = 1$ см $\varepsilon = A$. Молярный коэффициент поглощения равен оптической плотности одномолярного раствора при толщине слоя 1 см.

Закон Бугера-Ламберта-Бера применим к растворам, содержащим несколько поглощающих веществ при условии, что между этими

соединениями отсутствуют взаимодействия (закон аддитивности). Каждое из веществ будет давать свой аддитивный вклад в экспериментально определяемую оптическую плотность:

$$A_{\text{общ}} = A_1 + A_2 + A_3 + \dots \quad (2.5)$$

Чтобы компенсировать потери при измерении, сравнивают интенсивность прошедшего через раствор потока с интенсивностью потока, прошедшего через раствор холостого опыта, и измеряют оптическую плотность, близкую к истинной [14].

Принцип работы и порядок измерений фотоэлектроколориметра КФК-2МП

Принцип действия приборов: свет от источника излучения проходит через монохроматор и падает на кювету с анализируемым веществом. Прошедший через кювету свет падает на детектор (преобразователь), который превращает энергию излучения в измеряемый сигнал, обычно электрический, и далее этот сигнал фиксируется измерительным прибором [14].

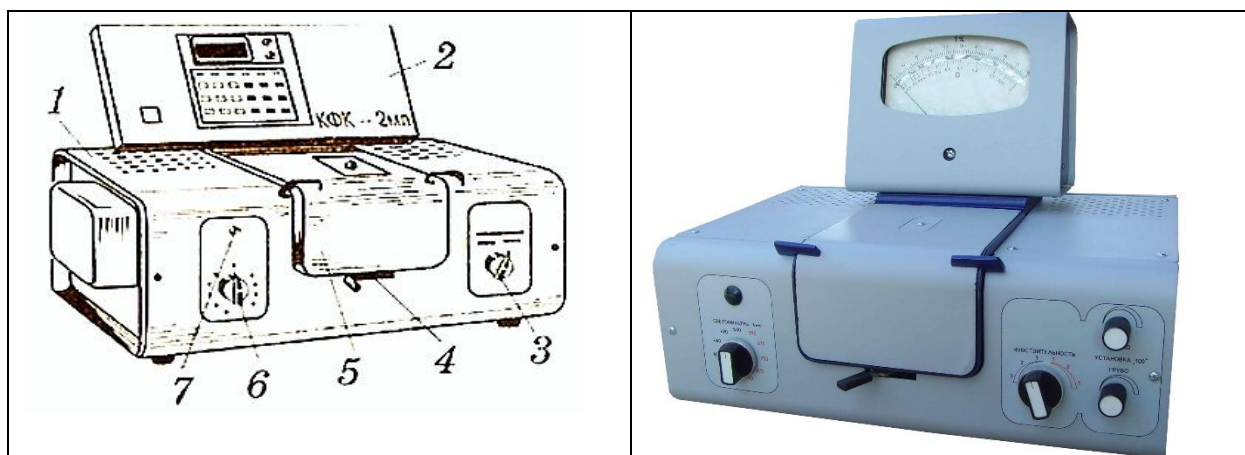


Рисунок 2.3– Внешний вид колориметра КФК-2МП:

- 1 – колориметрический блок; 2 – вычислительный блок с клавиатурой управления; 3 – ручка переключения фотоприемников; 4 – ручка перемещения каретки с кюветами; 5 – крышка кюветного отделения;
- 6 – ручка переключения светофильтров; 7 – сигнальная лампа включения прибора

Порядок измерений на фотоэлектроколориметре КФК – 2МП

1. В кюветное отделение устанавливают кюветы с раствором сравнения (в дальнее гнездо кюветодержателя) и с исследуемым раствором (в ближнее гнездо). Крышку кюветного отделения закрывают

2. Ручку 4 устанавливают в положение «1» (в световой пучок вводится кювета с раствором сравнения) и нажимают клавишу «К(1)». На цифровом табло слева от мигающей запятой должен загореться символ «1»

3. Ручку 4 устанавливают в положение «2» (в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором).

4. Дальнейшая работа зависит от того, что требуется измерить: коэффициент пропускания, оптическую плотность или концентрацию. Измерения концентрации проводят 3 – 5 раз, и значение измеренной величины определяют, как среднее арифметическое, при нелинейной зависимости оптической плотности от концентрации измеряют оптическую плотность исследуемого раствора и находят концентрацию по градуировочному графику.

Подготовка фотоэлектроколориметра КФК – 2МП к работе.

1. Присоединяют колориметр к сети 220 В с помощью шнура, открывают крышку кюветного отделения 5 и включают тумблер «сеть» (на рисунке не указано). При этом должна загореться сигнальная лампа 7 (на цифровом табло могут появиться различные символы).

2. Нажимают клавишу «пуск» – на цифровом табло появляется мигающая запятая и горит индикатор «Р». Если запятая не появилась, повторно нажимают клавишу «пуск». Выдерживают колориметр во включенном состоянии 15 мин при открытой крышке кюветного отделения.

3. Ручкой 6 устанавливают необходимый светофильтр, ручкой 3 – нужный фотоприемник.

4. При открытой крышке кюветного отделения нажимают клавишу «Ш(0)». На цифровом табло справа от мигающей запятой высвечивается

значение n_0 , а слева – символ «0». Значение n_0 должно быть не менее 0,001 и не более 1,000, если отсчет n_0 не укладывается в указанные пределы, добиваются нужного значения с помощью потенциометра «нуль», доступ к которому осуществляется через отверстие в правой стенке колориметрического блока 1. Установку значений n_0 производят для каждого фотоприемника, проверку нулевого отсчета производят перед каждым видом измерений [14].

2.5. Теоретические основы метода количественного определения ментола в мятном экстракте

Фотометрический метод, основанный на поглощении электромагнитного излучения окрашенными соединениями в видимой области спектра (ФЭК- полихроматического света). Окрашенные соединения образуются при взаимодействии ментола с ароматическими альдегидами – ванилином в концентрированной H_2SO_4 . Длина волны для данного метода составляет в видимой области спектра $\lambda_{max}=545$ нм. Расчёт по стандартному раствору.

Схема возможной реакции ментола под действием концентрированной H_2SO_4 , представлена на рисунке. Окисление ментола происходит по спиртовому гидроксилу с образованием ментона, что приводит к появлению активированной метиленовой группы ($-CH_2-$), обладающей СН- кислотными свойствами. Затем идёт конденсация соответствующего альдегида по метиленовой группе:

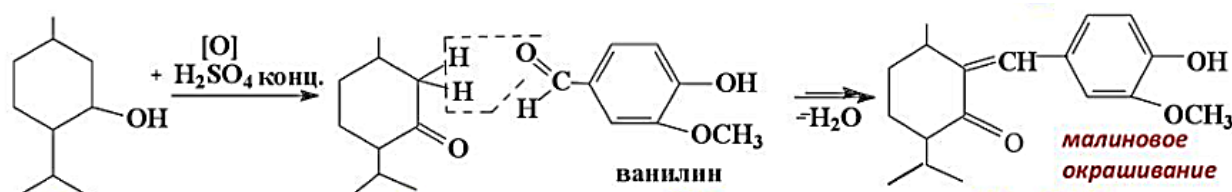


Рис. 2.4 Схема качественной реакции на ментол и его гомологи

1) Для определения концентрации ментола брали 100 мл экстрагента и 1 г экстракта мяты (сухого), проводили экстракцию в электромагнитной мешалке в течении 1 часа, с последующей стабилизацией смеси в течении 24 часов, затем смесь фильтровали (белая лента).

2) В полученный раствор добавляли 1 г измельченного ванилина и перемешивали в течении 10 минут электромагнитной мешалке, затем снова фильтровали.

3) К полученному раствору добавляли 2–3 капли концентрированной серной кислоты и раствор окрашивался в розовато-малиновый цвет.

4) Затем выполняли измерения на фотоэлектроколориметре КФК – 2МП при длине волны 545 нм.

5) В качестве раствора сравнения использовали смесь экстрагента с 1 г ванилина и 2–3 каплями серной кислоты.

6) Для определения концентрации ментола в экстракте строился градуировочный график в диапазоне концентраций от 0–80 мг/г. Для этого была измерена оптическая плотность подготовленных растворов известной концентрации. Для приготовления растворов был взят масляный раствор ментол с известной концентрацией 1 г/мл, используя его был построен градуировочный график.

РАЗДЕЛ 3

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

3.1 Результаты определения качества растительного сырья

Доброкачественность растительного сырья, которое может использоваться как лекарственное A – это отношение содержания действующих веществ (a) к сухому остатку (c) [8]:

$$A1 = c / a \quad (4.1)$$

По определению действующих веществ в соответствии с ОФС.1.5.3.0006.15. 1 г мяты перечной должно содержаться не менее 30–22,5 мг ментола и его гомологов.

Также к показателям качества сырья относятся влажность, зольность, полученные показатели исследуемого сырья:

- доброкачественность растительного сырья составила 0,98;
- влажность 4,3 %;
- зольность 13,6.

Другие виды анализируемых веществ

1. Присутствие флавоноидов:

К исследуемому раствору прибавляли 2 % спиртовой раствор хлорида алюминия (спирт 95%); 0,1 г порошка цинка и 1 мл концентрированной кислоты хлористоводородной; 10 % раствора натрия гидроксида [7].
Результаты реакций положительные.

2. Реакция на дубильные вещества [7]:

К 2 мл водного извлечения добавляют раствором хлорида железа (III) – результат положительный.

3.2 Результаты исследований эффективности экстракции ментола и его гомологов из растительного сырья

Исследовали эффективность экстракции в зависимости от температуры раствора от 50–90 °С и концентрации этанола (экстрагента: 90 %, 70 %, 50 %), результаты приведены в таблице 4.1.

Оптимальные условия экстракции температура от 80–90 °С, оптимальный экстрагент – раствор этанола 70 %.

Таблица 4.1

Концентрация ментола, мг на 100 мл экстрагента в экстракте в зависимости от температуры раствора от 50–90 °С и концентрации этанола (экстрагента: 90 %, 70 %, 50 %)

Раствор этанола, %	50	70	90
Температура, °С			
50	5,6	14,2	7,6
60	10,1	29,6	12,1
70	19,7	35,2	25,3
80	25,9	44,8	39,53
90	27,2	43,9	39,4

Результаты получены при экстракции 1 г мяты перечной – сухой экстракт.

Детально изучив состав экстрагируемого сырья, нельзя точно утверждать, что полученная реакция с ванилином в присутствии серной кислоты, а затем воды говорит о наличии именно ментола, т.к. это качественная реакция на все терпеноиды, большинство из которых приведено в таблице 1.1 По [12] ОФС.1.5.3.0006.15. необходимое количество экстрактивных веществ в экстракте из лекарственного сырья должно быть не

менее 1%. В проведенных исследованиях для 70 % спиртового раствора это значение колеблется от 1,4 – 4,4 %.

Эффективность выделения экстрактивных веществ, выраженную коэффициентом распределения между сухим лекарственным сырьем и раствором этанола, вычисляют по формуле:

$$K_p = \frac{C_p}{C_0} \cdot \frac{V}{m}, \quad (4.1)$$

где K_p – коэффициент распределения, мг/л;

C_0 – концентрация извлекаемого компонента в растительном сырье, мг/л;

C_p – концентрация извлекаемого компонента в экстракте, мг/л;

V – объем экстрагента, мл;

m – масса навески сухого растительного сырья, г.

Для расчета принята максимальное количество ментола и его эфиров 4,5 % в исходном сырье [7], результаты представлены на рисунке 4.1.

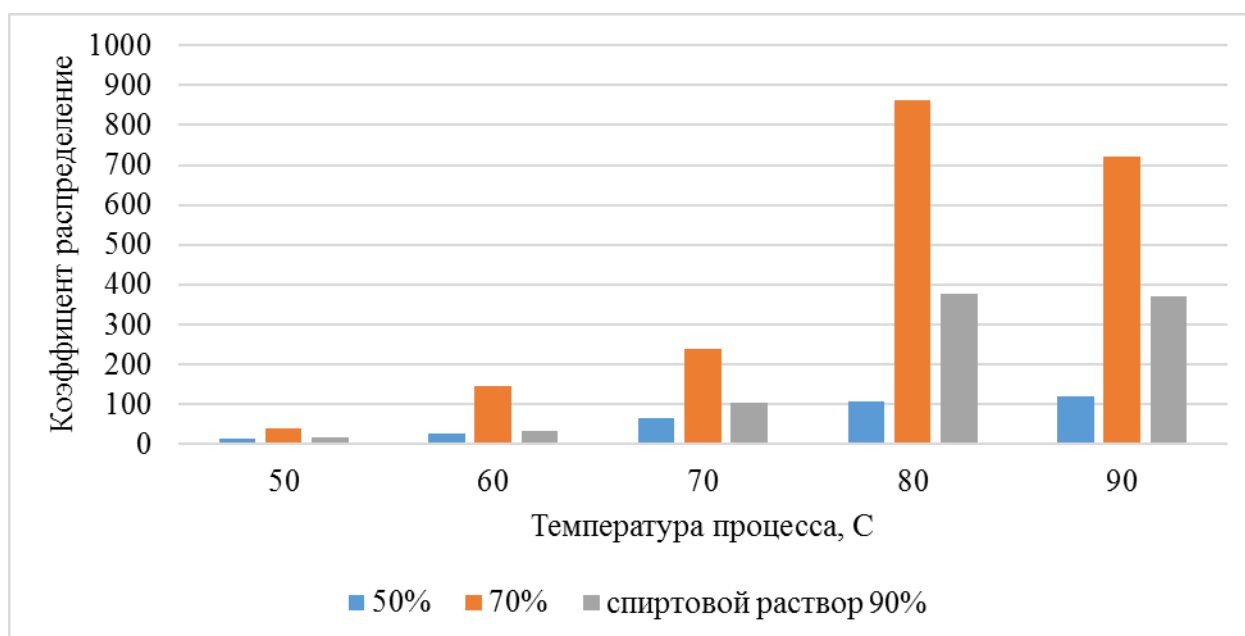


Рис. 4.1 График зависимости коэффициента распределения ментола и его гомологов от температуры и концентрации экстрагента

На графике четко видно, что увеличение концентрации раствора спирта более 80% не целесообразно, наилучший температурный режим выбран от 80 °С до 90 °С.

Также была определена зависимость степени извлечения ментола и его гомологов E (процент извлечения вещества в органическую фазу от общего его количества в обеих фазах). При разных объемах фаз определяется по формуле для сухого растительного сырья, влажность менее 5%:

$$E = (C_{\text{орг}}m_{\text{орг}} \cdot 100) / (C_{\text{орг}}m_{\text{орг}} + C_{\text{тв}}m_{\text{тв}}) \quad (4.2)$$

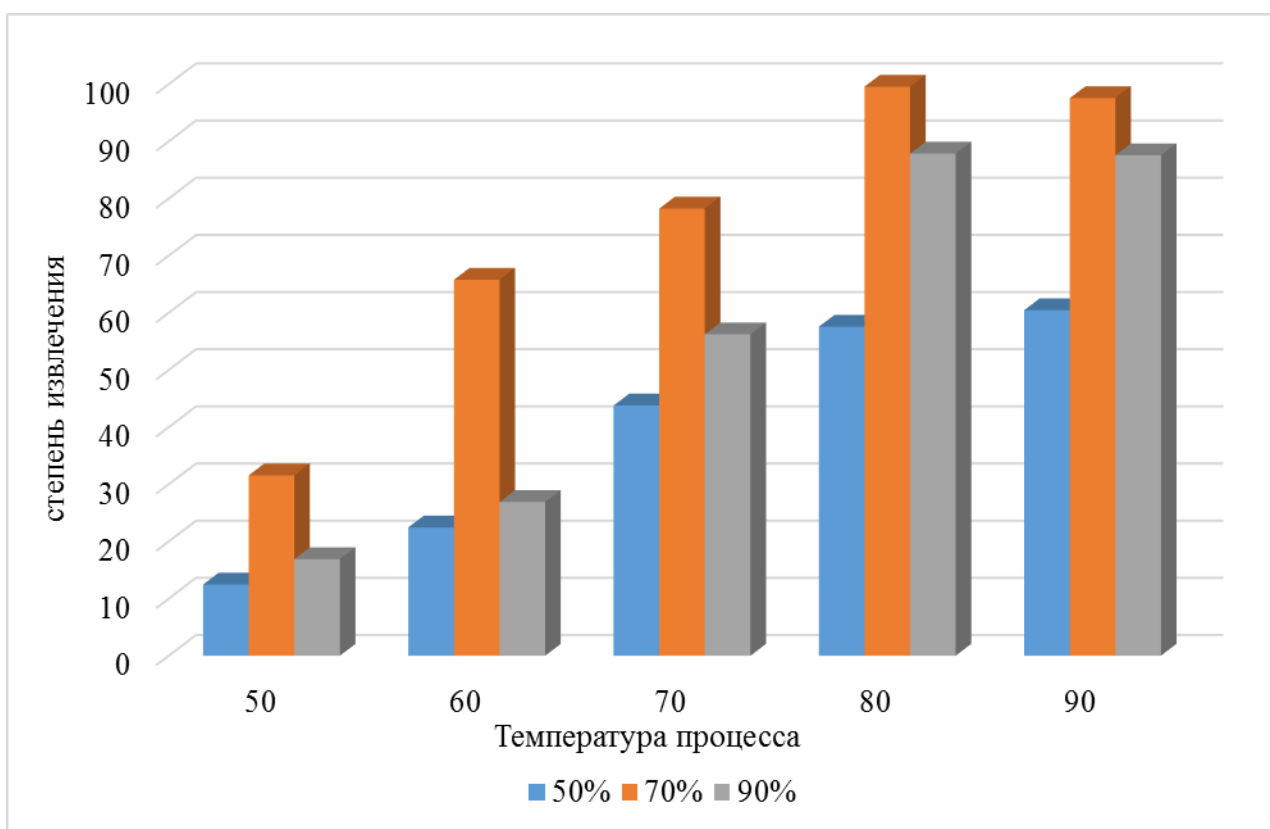


Рис.4.2 График зависимости степени извлечения ментола и его гомологов от температуры и концентрации экстрагента

Полученные данные подтверждают, что ментол и его гомологи лучше выделяется при экстракции этанолом 80% и 90% в интервале температур от 80 °С до 90 °С.

ВЫВОДЫ

В работе исследованы характеристики качества растительного сырья мяты перечной:

- доброкачественность растительного сырья составила 0,98;
- влажность 4,3 %;
- зольность 13,6.

В экстракте также присутствуют флавоноиды и дубильные вещества.

По результатам предварительного отбора сырья для создания наилучшего экстракта необходимо сухое растительное сырье. В качестве экстрагента был выбран этиловый спирт с концентрациями 50%, 70% 90 %.

Полученные данные селективности извлечения ментола и его гомологов подтверждают, что максимальные значения были достигнуты при экстракции этанолом 80% и 90% в интервале температур от 80 °С до 90 °С. Максимальная селективность процесса экстракции мяты перечной составляет 99,7 %.

Используя особенностей химических свойств ментола и его гомологов окисляться в серной кислоте и реагировать с ванилином при разбавлении меняя свою окраску, была предложена и апробирована методика для определения концентрации ментола и его гомологов после экстракционного извлечения из растительного сырья.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Антиамнестическое действие комплексных растительных средств изарсенала традиционной медицины / Я.Г. Разуваева, С.В. Цыремпилов, Ж.Б. Дашинамжилов, А.А. Гулевич // Бюллетень ВСНЦ СО РАМН. – 2006. – №3 (49). – С. 130–133.
- 2 Биохимия растений / Л.А. Красильникова, О.А. Авксентьева, В.В. Жмурко [и др.]. – Ростов н/Д: Феникс, 2004. – 224 с.
- 3 Большая иллюстрированная энциклопедия. Лекарственные растения / Т.А. Ильина. – СПб. СЗКЭО, 2017. – 224 с.
- 4 Дубашинская, Н.В. Некоторые особенности экстрагирования лекарственного растительного сырья (часть I) / Н.В.Дубашинская, О.М.Хишова, О.М.Шимко // Вестник фармации– 2006. – № 3 (34) –С. 22-34.
- 5 Карташова Н. В. Изучение и стандартизация тонизирующего сбора на основе лекарственного растительного сырья. Диссертация на соискание уч. степ. канд. фарм. наук. 3.4.2. Фармацевтическая химия, фармакогнозия. М.: – 2022. –177 с.
- 6 Магдыч Е.А., Т.Н. Замыслова, О.В. Ведищева Физико-химические методы анализа. Лабораторный практикум по дисциплине. Учебно-методическое пособие – Севастополь: СевГУ, 2018. – 91 с.
- 7 ОФС.1.5.3.0006.15. Определение содержания экстрактивных веществ в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах. –3 с.
- 8 ОФС.1.5.3.0007.15. Определение влажности лекарственного растительного сырья и лекарственных растительных препаратов. –3 с.

9 Пат. 2 712 236 С2 Российская Федерация, МПК⁷ А61К 35/00. Мята перечной настойка и способ ее получения/Марданлы С.Г. патентообладатель; Гашенко Т. Ю. заявитель. – № 2018143151; заявл. 2018.12.06; опубл. 2019.04.04, Бюл. № 23 (П ч.). – 3 с.

10 Представители семейства Lamiaceae Lind l. как источники лекарственного растительного сырья для получения нейротропных средств (обзор). / Е.В. Звездина, Ж.В. Дайронас, И.И. Бочкарева, [и др.] // Фармация и фармакология. – 2020. – № 8(1). – С. 4–28.

11 Растительные ресурсы СССР: Цветковые растения, их химический состав, использование. Семейства Magnoliaceae–Limoniaceae. – Л., 1984. – 460 с.

12 Рогожникова Е.П. Совершенствование технологии получения настоек из разного вида лекарственного растительного сырья. автореф... дис. фарм. наук. Москва.: – 2021 г. –287 с.

13 Стреляева, А.В. Перспективность применения комплексных лекарственных препаратов петролеума и мяты перечной / А.В Стреляева, Д.В Курилов, С.С. Зуев [и др.] // Традиционная медицина. – 2011. – №1. – С. 54–61.

14 Чуешов В.И. Промышленная технология лекарств: [Учебник. В 2-х т. Том 2/В.И. Чуешов, М.Ю. Чернов, Л.М. Хохлова и др.]; Под редакцией профессора В.И. Чуешова. - Х.: МТК-Книга; Издательство НФАУ, 2002. – 716 с.