

ANALIZA CHROMATOGRAFICZNA OLEJKÓW ETERYCZNYCH ZA POMOCĄ CHROMATOGRAFII CIENKOWARSTWOWEJ ORAZ CHROMATOGRAFII GAZOWEJ

CEL ZADANIA:

Celem ćwiczenia jest analiza jakościowa olejków eterycznych za pomocą powyższych technik.

Studenci otrzymują do analizy zestaw trzech substancji zapachowych o znanej budowie. Na podstawie wzorów strukturalnych tych związków mają spróbować przewidzieć ich względne pozycje na płytce chromatograficznej. Następnie wykonują analizę za pomocą techniki TLC określając ich R_f i kolory odpowiednich plamek. Swoje przypuszczenia weryfikują przez wykonanie chromatograficznych analiz poszczególnych składników. W tym celu wykonują chromatogram jednej z wybranych mieszanin oraz drugi chromatogram przy użyciu płytki z naniesionymi trzema wzorcowymi substancjami.

WYKONANIE:

1. Po 3 krople poszczególnych substancji zapachowych rozpuścić w buteleczce w 5 ml eteru di-etylowego.
2. Przygotować płytkę do chromatografii cienkowarstwowej o wymiarach 5x10 cm i drugą o wymiarach 10x10 cm (do analizy trzech odrębnych składników).
3. Nanieść za pomocą kapilarki próbkę wcześniej przygotowanego roztworu badanej mieszaniny na punkt startowy oddalony ok. 1 cm od dolnego brzegu płytki.
4. Płytkę ustawić pionowo w zlewce, do której wlano uprzednio niewielką ilość eluenta (toluen-octan etylu w stosunku 93-7). Poziom eluenta powinien być ok. 1 cm od punktu startowego. Zlewka powinna być wyposażona w bibułę i przykryta szkiełkiem zegarkowym w celu zapewnienia całkowitego wypełnienia zlewki parami eluenta (patrz obrazek komory dostępny na Pracowni – biały segregator)..
5. Rozwinąć chromatogram do momentu gdy poziom eluenta ok. 1 cm od górnej krawędzi płytki.
6. Wyjąć płytkę ze zlewki-komory i wysuszyć zimnym strumieniem powietrza za pomocą suszarki.
7. Płytkę zanurzyć w odczynniku wanilinowym pełniącym rolę wywoływacza.
8. Poczekać aż nadmiar wywoływacza spłynie (ok. 10 min) i płytkę umieścić w suszarce nagrzanej do temperatury ok. 100°C na przeciąg ok. 5-10 minut.
9. Określić R_f (sposób obliczenia tej wartości jest opisany w materiałach dostępnych w Pracowni) i kolory plamek odpowiadających poszczególnym składnikom mieszaniny.
10. Sporządzić protokół wykonanej analizy podając rodzaj zastosowanej płytki, eluent, odczynnik wywołujący, współczynniki R_f , kolory poszczególnych plamek.

Analiza za pomocą chromatografii gazowej

Celem zadania jest wykonanie analizy olejku grejpfrutowego i kompozycji zapachowej produkcji firmy „Pollena Aroma” na zawartość limonenu. Należy wykonać analizę obu preparatów oraz wzorcowego limonenu. Określić czasy retencji dla sygnału limonenu oraz zawartość procentową limonenu w obu preparatach.