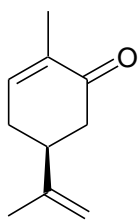
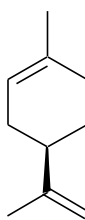


## (S)-(+)-KARWON i (R)-(+)-LIMONEN



(S)-(+)-Karwon



(R)-(+)-Limonen

Karwon i limonen, należące do monotерpenów, mają po jednym centrum chiralności i występują w dwóch formach enancjomerycznych. Enancjomery karwonu różnią się zapachem. (S)-(+)-Karwon, o zapachu kminku, występuje wraz z (R)-(+)-limonenem w olejku kminkowym. Skład tego olejku, otrzymanego przez destylację z parą wodną suszonych owoców *Carum Carvi L.*, zależy od źródła materiału roślinnego.

### Cel zadania

Wydzielenie składników olejku kminkowego. Poznanie techniki chromatografii kolumnowej (CC) oraz chromatografii cienkowarstwowej (TLC).

### Odczynniki

Olejek kminkowy	12 kropli
<i>n</i> -Heksan lub eter naftowy	20 ml
Mieszanina <i>n</i> -heksan/aceton (9:2)	20 ml
Silikażel 60 (66-200 mesh)	3,1 g
Piasek do chromatografii	1 g

### Aparatura

Kolumna chromatograficzna (17 cm x 11 mm)
Odbieralniki 11 szt.
Płytki do TLC
Wężyk ze ściskaczem
Pipeta Pasteura, wata, bagietka

### Wykonanie

#### Przygotowanie kolumny chromatograficznej

Do kolumny, zaopatrzonej w wężyk ze ściskaczem na wylocie, wprowadza się niewielki kawałek waty i ugniata za pomocą bagietki. Wsypuje się niewielką ilość piasku (warstwa ok. 2 mm). Do kolumny powoli wsypuje się 3,1 g silikażelu i delikatnie opukuje w celu lepszego upakowania. Następnie wsypuje się ok. 3 mm warstwę piasku. Przez kolumnę przepuszcza się ok. 5 ml *n*-heksanu tak, aby rozpuszczalnik nie spłynął poniżej górnego poziomu piasku. *n*-Heksan wypływający z kolumny zbiera się do pierwszego odbieralnika do momentu, gdy poziom eluenta osiągnie powierzchnię piasku. Zamknąć ściskacz na wylocie kolumny.

#### Rozdział składników olejku kminkowego

Za pomocą pipety wprowadza się 0,18 ml (12 kropli) olejku kminkowego i delikatnie otwiera wylot kolumny tak, aby olejek wypełnił górną warstwę piasku. Zamyka się wylot i stopniowo wprowadza pierwszą porcję ok. 3-4 ml *n*-heksanu przy jednoczesnym otwarciu wylotu kolumny zbierając wypływający *n*-heksan do pierwszego odbieralnika. Gdy poziom *n*-heksanu osiągnie powierzchnię piasku, wprowadza się następną porcję *n*-heksanu, utrzymując poziom heksanu jak najwyżej. Czynność powtarza się do zużycia *n*-heksanu zbierając wypływający eluat do odbieralników po ok. 3-4 ml.

Następnie stosuje się układ rozpuszczalnikowy *n*-heksan/aceton w stosunku 9:2, zbierając eluat do kolejnych odbieralników po ok. 4 ml.

Zebrane frakcje analizować za pomocą TLC (*n*-heksan/aceton 9:1) i połączyć frakcje o tym samym składzie.

### **Analiza GC**

Wykonać analizę GC połączonych frakcji zawierających pierwszy składnik oraz połączonych frakcji zawierających drugi składnik i porównać z chromatogramem olejku kminkowego. Określić czystość wydzielonych składników.

### **Analiza połączonych frakcji zawierających drugi składnik**

Odparowuje się rozpuszczalnik na łaźni piaskowej do ok. 10% pierwotnej objętości. Wykonać analizę IR (film cieczy) – nanosi się kilka kropli zatężonego roztworu na płytkę z chlorku sodu i czeka kilka minut do całkowitego odparowania rozpuszczalnika.

Porównać uzyskane widmo z widmem wzorcowym.

### **Literatura**

A. Vogel, *Preparatyka organiczna*, WNT, Warszawa, 1964, 144;

J. Kulesza, J. Góra, A. Tyczkowski, *Chemia i technologia związków zapachowych*, WPLiS, Warszawa, 1961, 480.

#### ***Uwaga!***

***n*-Heksan jest łatwopalny; nie używać otwartego ognia.**

***Eter naftowy jest łatwopalny; nie używać otwartego ognia.***

***Aceton jest łatwopalny, drażni układ oddechowy.***

*Opracował: dr Mirosław Welniak*