

Ergebnisprotokoll Versuch 15

Kamille: Wasserdampfdestillation und Dünnschichtchromatographie

1. Stichworte

- Kamille (*Inhaltsstoffe, Strukturen*)
- Methoden (*Wasserdampfdestillation, Dünnschichtchromatographie, Detektion*)

2. Einleitung

Am Beispiel der Kamille soll die Gewinnung ätherischer Öle durch Wasserdampfdestillation gezeigt werden. Im Anschluß daran wird das gewonnene ätherische Öl mit unpolaren und polaren Extrakten dünnschichtchromatographisch verglichen um das gesamte Spektrum der in Kamille enthaltenen Verbindungen näher zu charakterisieren.

3. Versuchsdurchführung

Die Wasserdampfdestillation wurde soweit möglich nach den Vorgaben des Arzneibuches¹ durchgeführt und das gewonnene ätherische Öl im Anschluß daran photometrisch vermessen. Zur Erstellung der Kalibriergeraden wurde Guajazulen verwendet, ein Methylderivat des Chamazulens, das denselben Chromophor enthält. Die dünnschichtchromatographische Analyse der gemäß den Angaben des Praktikumsskriptes² mit Dichlormethan oder Ethanol gewonnenen Extrakte wurde unter Verwendung zweier Fließmittel unterschiedlicher Polarität durchgeführt, da nur ein polares Fließmittel in der Lage ist die enthaltenen Flavonoide und Flavonoidglykoside zu eluieren.

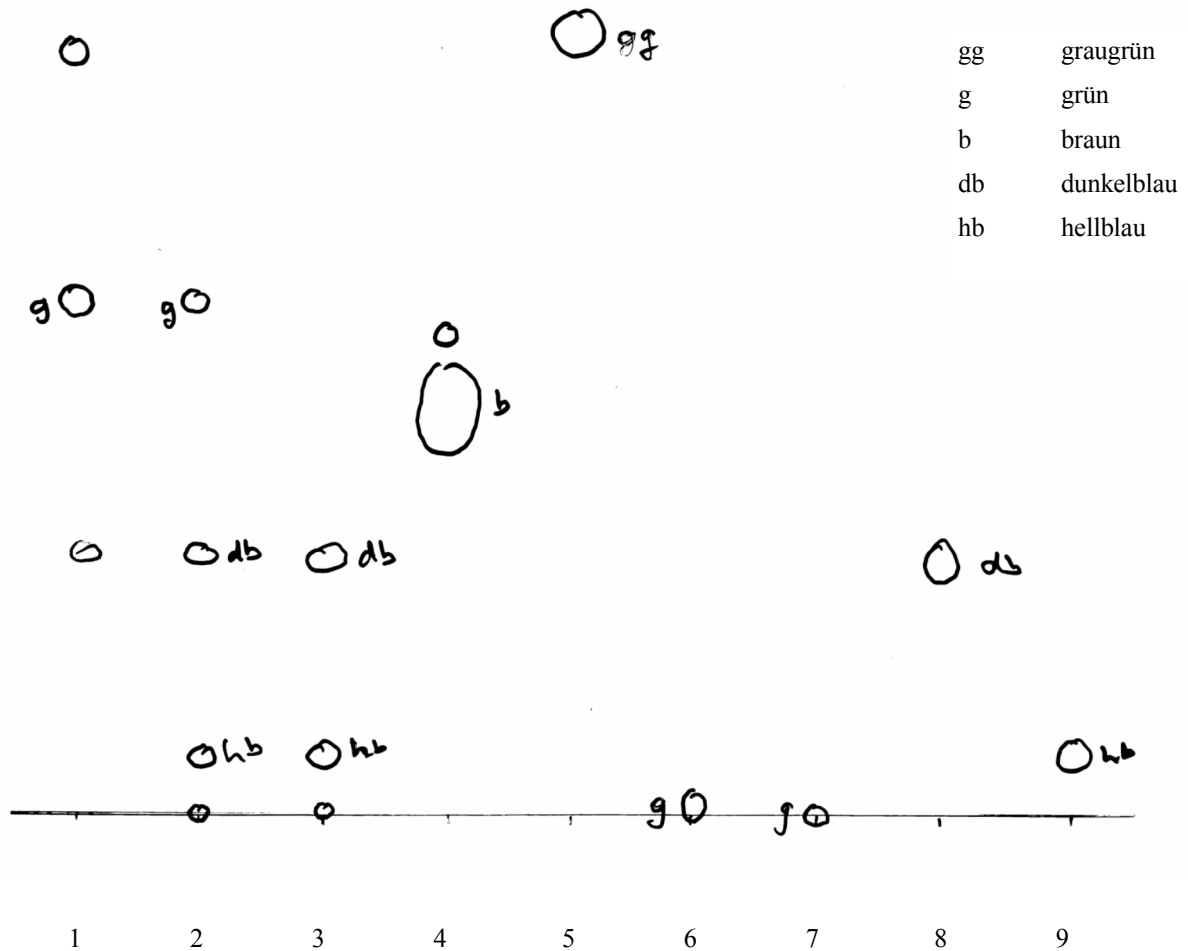
4. Messdaten

Konzentration [mg/ml]	Absorption	Konzentration [mg/ml]	Absorption
0,1	0,338	0,4	1,363
0,2	0,672	0,5	1,668
0,3	1,008	Probe	0,442

5. Auswertung der Dünnschichtchromatogramme

5.1 Unpolares Fließmittel

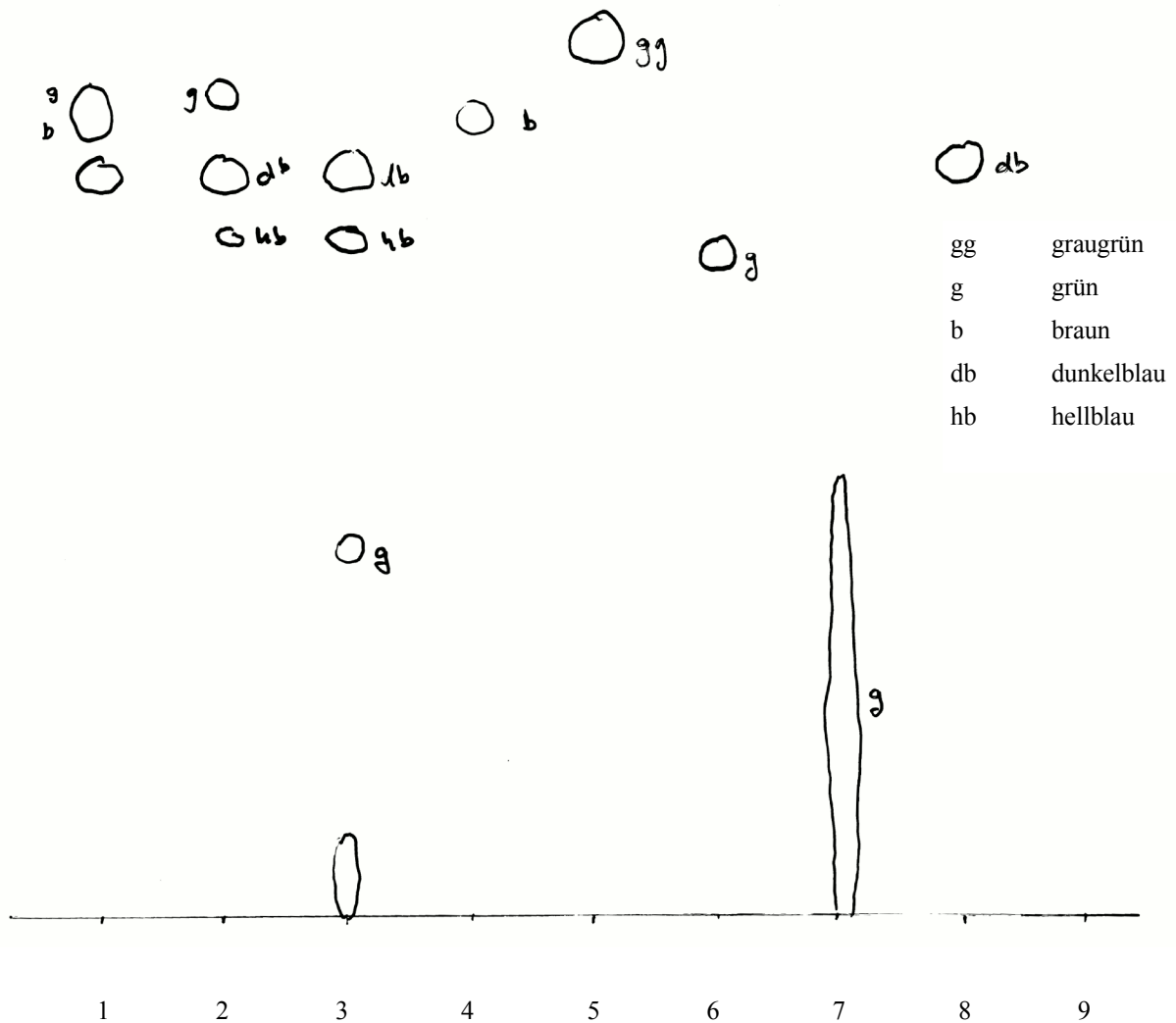
Fließmittel: Toluol:Ethylacetat 9:1
 Detektion: Anisaldehyd/H₂SO₄ UV 366nm



R _f -Werte								
Bahn I	Ätherisches Öl		0,23			0,46	0,68	
Bahn II	Dichlormethanextrakt	0,05	0,23			0,46		
Bahn III	Ethanolextrakt	0,05	0,23					
Bahn IV	Bisabolol			0,37	0,43			
Bahn V	Guajazulen							0,70
Bahn VI	Apigenin							
Bahn VII	Luteolin							
Bahn VIII	Herniarin		0,23					
Bahn IX	Umbelliferon	0,05						

5.2 Polares Fließmittel

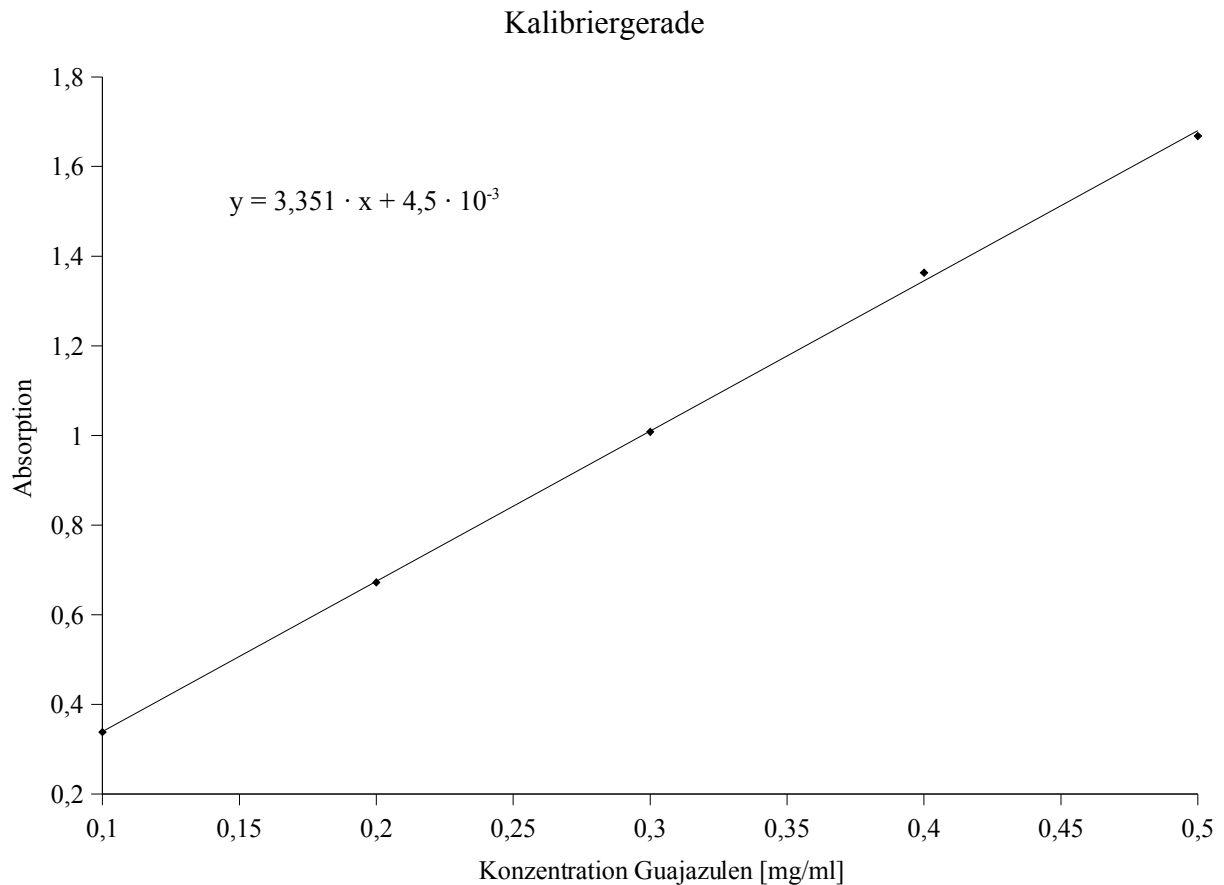
Fließmittel: Toluol:Aceton:Methanol 5:3:2
 Detektion: Anisaldehyd/H₂SO₄ UV 366nm



R _f -Werte									
Bahn I	Ätherisches Öl					0,67	0,72	0,74	
Bahn II	Dichlormethanextrakt				0,61	0,67		0,74	
Bahn III	Ethanolextrakt	0,33			0,61	0,67			
Bahn IV	Bisabolol						0,72		
Bahn V	Guajazulen								0,78
Bahn VI	Apigenin			0,59					
Bahn VII	Luteolin		0,39						
Bahn VIII	Herniarin					0,67			
Bahn IX	Umbelliferon				0,61				

6. Quantitative Bestimmung des Chamazulengehaltes

Anhand einer Kalibriergeraden mit Guajazulen wird der Gehalt des gewonnenen ätherischen Öls an Chamazulen ermittelt.



$$\omega_{\text{Äther. Öl}} [\%] = \frac{\frac{\text{Absorption}_{\text{Probe}} - 4,5 \cdot 10^{-3}}{3,351} \cdot 2 \text{ ml}}{\text{Volumen}_{\text{Äther. Öl}} - \text{Volumen}_{\text{Blindprobe}}} \cdot \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \cdot 100 = \frac{0,442 - 4,5 \cdot 10^{-3}}{3,351} \cdot 2 \text{ ml} \cdot 0,1 = 0,36$$

$$\omega_{100 \text{ g Droge}} [\%] = \frac{\frac{\text{Absorption}_{\text{Probe}} - 4,5 \cdot 10^{-3}}{3,351} \cdot 2 \text{ ml}}{\text{Volumen}_{\text{Äther. Öl}} - \text{Volumen}_{\text{Blindprobe}}} \cdot \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \cdot \frac{100}{30} \cdot 100 = \frac{0,442 - 4,5 \cdot 10^{-3}}{3,351} \cdot 2 \text{ ml} \cdot \frac{1}{3} = 1,2$$

Berechnet man hingegen den Gehalt an Chamazulen im ätherischen Öl über die spezifische Absorption, wie sie im Praktikumsskript² angegeben ist, so findet man die 1,4fache Menge an Chamazulen.

$$\omega_{\text{Äther. Öl}} [\%] = \frac{\frac{\text{Absorption}_{\text{Probe}} \cdot \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}}}{A_{1 \text{ cm}}^{1\%}} \cdot \frac{1 \text{ g}}{50}}{\text{Volumen}_{\text{Äther. Öl}} - \text{Volumen}_{\text{Blindprobe}}} \cdot \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \cdot 100 = \frac{\text{Absorption}_{\text{Probe}}}{A_{1 \text{ cm}}^{1\%}} \cdot 2 = 0,53$$

7. Diskussion der Versuchsergebnisse

Die untersuchte Droge entspricht in ihrem Gehalt nicht den Anforderungen des Arzneibuches, dass für Kamillenblüten einen Mindestgehalt von 4ml ätherischem Öl in 100g Droge fordert. Die deutliche Diskrepanz zwischen dem über die Kalibriergerade und dem durch die spezifische Absorption ermittelten Gehalt an Chamazulen zeigt die Ungenauigkeit von Messungen bei Verwendung von Standards. Es scheint möglich, dass bei der Herstellung des Standards eklatante Fehler begangen wurden – beispielsweise beim Einwiegen von 100mg. Der über die spezifische Absorption berechnete Gehalt liegt daher vermutlich näher an der Wahrheit.

Die dünnschichtchromatographische Analyse zeigt, dass Chamazulen nur im Wasserdampfdestillat zu finden ist, was im Einklang mit der Entstehung durch Hitzeinwirkung steht. Weiterhin sieht man, dass nur bei Verwendung eines polareren Fließmittels die Flavonoide *Apigenin* und *Luteolin* eluieren. Deutlich sichtbar ist auch der Einfluß von Methylethern auf die Lipophilie, da Herniarin als Methoxyanalogon des Umbelliferons wesentlich höhere R_f -Werte zeigt. Hinzukommt das je nach Extraktionsmittel nicht alle Verbindungen erfasst werden. So fehlen lipophile Bestandteile des Dichlormethanextraktes bereits im ethanolischen Extrakt.

8. Quellen

- 1 Pharm. Eur. 4. Ausgabe, Grundwerk 2002, 4.00/2.08.12.00
Gehaltsbestimmung des ätherischen Öls in Drogen
- 2 Arbeitsunterlagen zum Praktikum Pharmazeutische Biologie III SS 2004
Methoden der phytochemischen Untersuchung, Pharmazeutische Biologie
Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn, Fassung SS 2004