



POLITECHNIKA WARSZAWSKA
WYDZIAŁ CHEMICZNY

ul. Noakowskiego 3, 00-664 Warszawa
tel.: (0 22) 234 7507, (0 22) 234 5758, fax (0 22) 628 27 41,
e-mail dziekan@ch.pw.edu.pl



Wojciech Fabianowski, DSc, PhD
Katedra Chemii i Technologii Polimerów
Wydział Chemiczny Politechniki Warszawskiej
Noakowskiego 3
00 664 Warszawa
e-mail wofab@ch.pw.edu.pl
tel. (+4822) 234 7670
kom. +48 603980373

Warszawa, 2 VIII 2012

Medi-Flowery ApS Sp. z o.o.
Ul. Miła 30
06 300 Przasnysz
NIP 761 153 76 26

Re.: Analiza zawartości tujonów w preparacie piołunu

BADANIA GCMS PREPARATU UZYSKANEGO
Z PIOŁUNU

Cel badań

Celem badań dostarczonego preparatu było stwierdzenie, czy dostarczona substancja „Ekstraktu z piołunu” zawiera α -tujon lub β -tujon oraz w przypadku pozytywnego wyniku oznaczenia jakościowego, przeprowadzenie analizy ilościowej mającej na celu oszacowanie stężenia wykrytego składnika (lub składników).

Część eksperymentalna

Badania wykonano stosując sprzężony system GCMS wyposażony w chromatograf gazowy GC 7890A oraz detektor VL MSD 5975C, oba produkcji Agilent Technologies. Identyfikację widm przeprowadzono w oparciu o bibliotekę widm MS (NIST, USA) oraz wybrane publikacje. Badaniom poddano dostarczony preparat oraz próbkę odnośną w postaci α,β -Thujone nr kat 89230 produkcji Sigma-Aldrich (Niemcy).

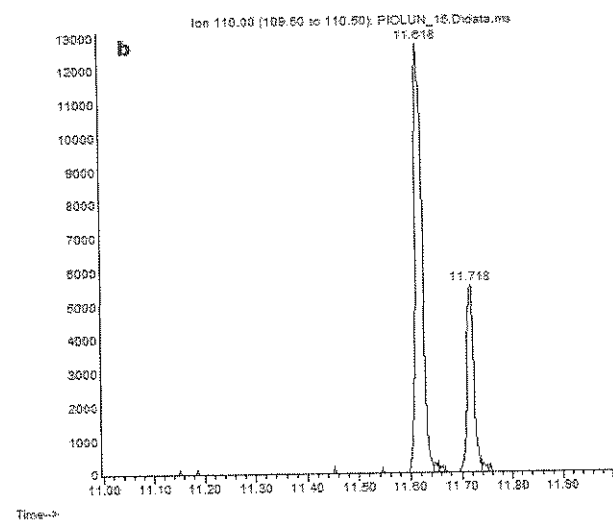
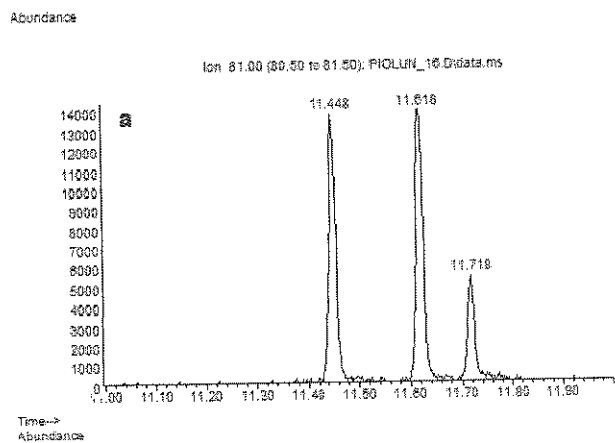
Wyniki badań

Analiza jakościowa

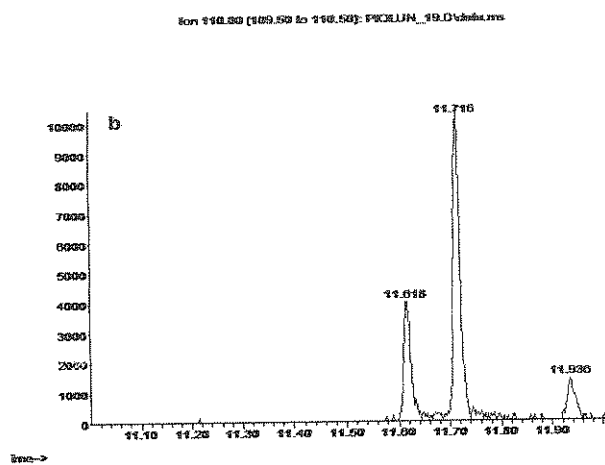
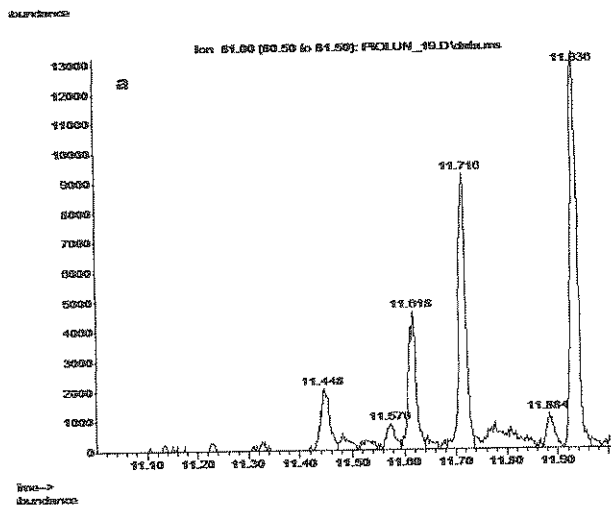
W dostarczonym preparacie stwierdzono obecność zarówno α -tujonu, jak i β -tujonu. Uzyskano zgodne czasy retencji oraz widma MS w porównaniu do próbki odnośnej, jak i widm z biblioteki NIST. Na Rys. 1 przedstawiono wyniki analizy dla próbki odnośnej. Rysunek ten zawiera dwa chromatogramy jonowe wydzielone z całkowitego prądu jonowego (TIC) poprzez skanowanie dla mas 81 m/e (a) i 110 m/e (b); pik o czasie retencji 11.618 min odpowiada α -tujonowi a pik 11.718 β -tujonowi. Pik o czasie retencji 11.448 widoczny na Rysunku 1a to substancja o nazwie fenchon, składnik często spotykany w preparatach otrzymywanych z piołunu. Na Rys. 2 przedstawiono wyniki analizy dla dostarczonego preparatu. Rysunek ten zawiera również dwa chromatogramy jonowe wydzielone z całkowitego prądu jonowego w sposób opisany jw.; pik o czasie retencji 11.618 min odpowiada α -tujonowi a pik 11.716 β -tujonowi. Na Rys. 3 przedstawiono przykładowe porównanie widma MS uzyskanego dla dostarczonego preparatu z piku odpowiadającego α -tujonowi z widmem z biblioteki NIST. Uzyskano zgodność widm na wysokim poziomie prawdopodobieństwa.

Analiza ilościowa

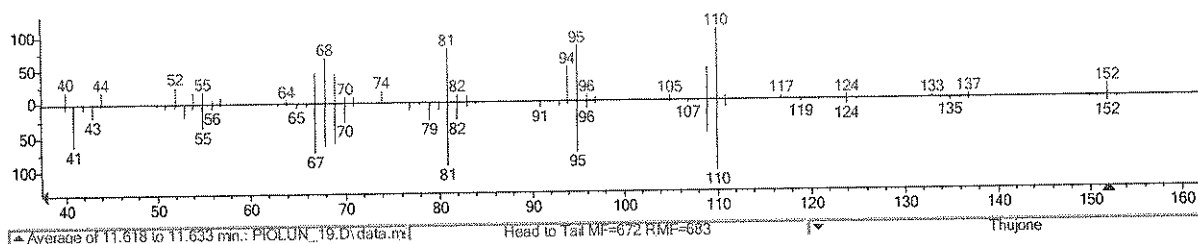
W wyniku przeprowadzonej kalibracji z wykorzystaniem dostarczonej próbki porównawczej oszacowano, że w **dostarczonym preparacie „Ekstraktu z piołunu” stężenie α -tujonu wynosi 0.6 mg/litr, natomiast β -tujonu 0.5 mg/litr.**



Rysunek 1. Analiza GCMS próbki odnośnej. Chromatogramy jonowe: a) dla masy 81 m/e, natomiast b) dla masy 110 m/e.



Rysunek 2. Analiza GCMS dostarczonego preparatu. Chromatogramy jonowe: a) dla masy 81 m/e, natomiast b) dla masy 110 m/e.



Rysunek 3. Porównanie widma MS uzyskanego z piksu odpowiadającego α -tujonowi z widmem z biblioteki NIST (próbka dostarczonego preparatu).

Handwritten signature