

پیشگفتار

در جلد ۱ و ۲ مجموعه مقالات گیاهان معطر و دارویی، بخشی از نتایج حاصله از طرح تحقیقاتی مشترک مؤسسه تحقیقات جنگلها و مراتع و سازمان فائو به نام «گسترش توان تحقیقاتی در زمینه گیاهان معطر» آمده است. این طرح همانگونه که از عنوانش برمی آید به منظور راه اندازی تحقیقات جهت استخراج و شناسایی کمی و کیفی اسانسها و عصاره های گیاهی تعدادی از گیاهان مهم و بومی ایران صورت گرفت و در حین اجرای طرح، آزمایشگاه شیمی مؤسسه تحقیقات جنگلها و مراتع از نظر تجهیزات مورد نیاز و نیروی متخصص تکمیل گردید.

به منظور جلوگیری از نوشتن برخی مطالب تکراری مثل روشهای مشابه استخراج عصاره یا اسانس برای گیاهان، ابتدا روش کار به صورت کلی توضیح داده شده است و سپس برای هر گیاه به ذکر کلیاتی از جمله محل و زمان جمع آوری نمونه، روش اسانس گیری یا عصاره گیری و راندمان وزنی اشاره شده؛ و ضمن ارائه مشخصات گیاهشناسی و نقشه پراکنش هر گیاه در ایران، نتایج نهایی بدست آمده شامل نام ترکیبهای شناسایی شده و درصد آنها، طیف کروماتوگرام، طیفهای جرمی ترکیبهای عمده هر اسانس یا عصاره و خواص این ترکیبها آورده شده است.

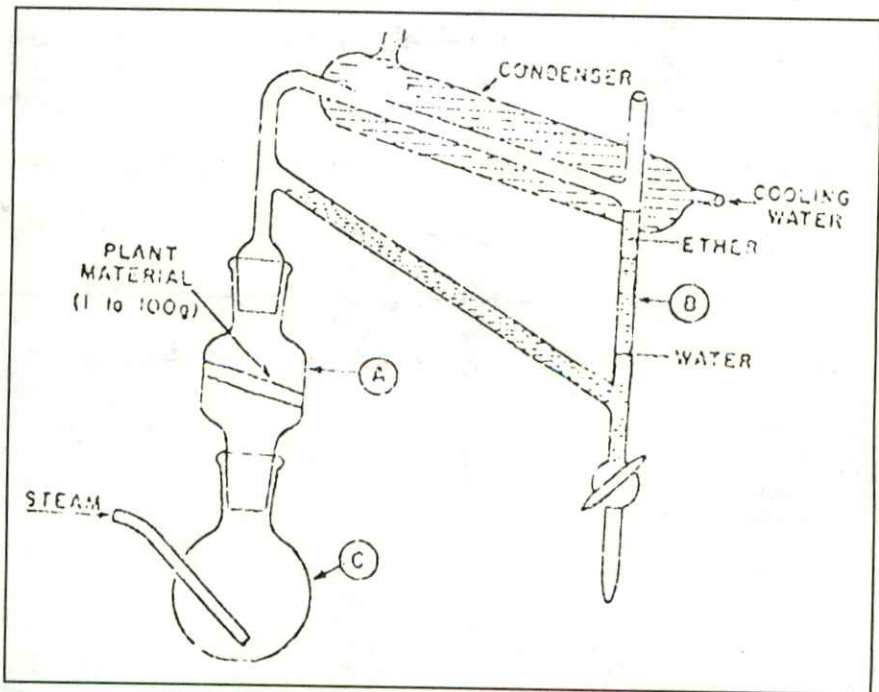
انتقادات و پیشنهادات شما خوانندگان محترم، ما را در ارائه بهتر مطالب یاری خواهد

داد.

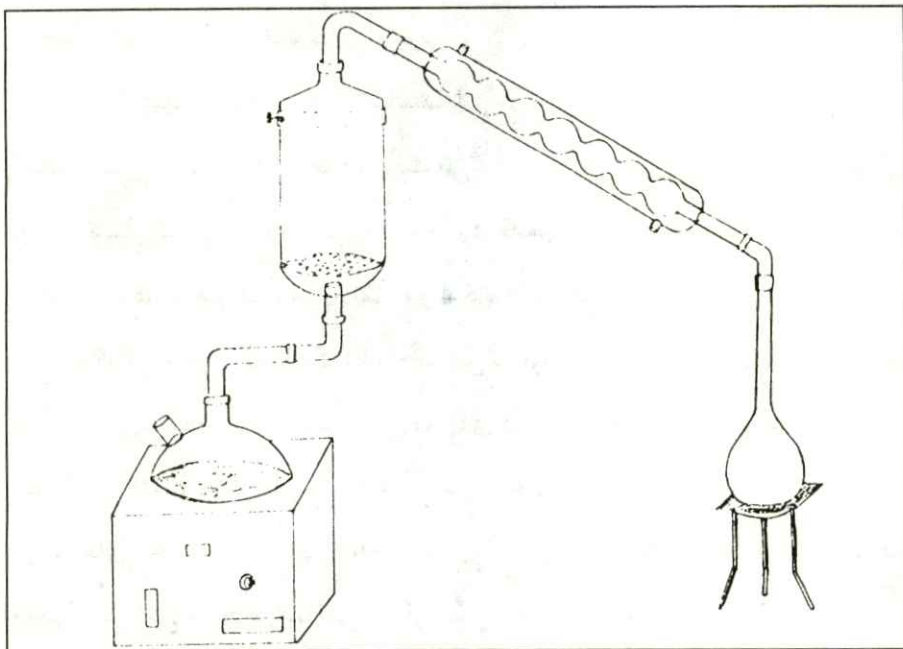
روش کار

استخراج اسانس و عصاره:

پس از جمع آوری گیاه در فصل مناسب، اندام مورد نظر مانند گل، برگها، بذر و... جدا می‌گردد و در محیط آزمایشگاه خشک شده و با یکی از دستگاههای Kaiser & Lang (شکل الف) و یا دستگاه تقطیر با بخار آب (شکل ب) اسانس‌گیری می‌شود و بعد اسانس مزبور در دستگاه اول در لایه اتری جمع‌آوری و تحت جریان آرام ازت، حلال‌زدایی می‌شود و در دستگاه دوم پس از اتمام اسانس‌گیری، اسانس به صورت لایه روغنی روی آب قرار می‌گیرد که با سرنگ از آب جدا گردیده و توسط مواد جاذب رطوبت خشک می‌گردد. در نهایت بازده کمی اسانس روغنی نسبت به وزن گیاه خشک بدست می‌آید.



الف - دستگاه اسانس‌گیری Kaiser & Lang (تقطیر با آب و بخار آب)



ب - دستگاه اسانس‌گیری به روش تقطیر با بخار آب

استخراج عصاره‌های گیاهی به کمک حلالهای آلی نظیر هگزان، پترولیوم اتر و... صورت گرفته است. نحوه عمل بدین ترتیب است که گل‌های تازه گیاه را پس از جمع‌آوری به مدت ۲۴ الی ۴۸ ساعت در حلال خیسانده و بعد با صاف کردن و تبخیر حلال با دستگاه Rotavapour ماده به نسبت غلیظی بدست می‌آید که در اصطلاح به آن Concrete می‌گویند. این ماده حاوی هیدروکربنهای سنگین موم مانند است که در صنعت به آن واکس می‌گویند. برای جدا کردن این مومها به Concrete بدست آمده متانول یا اتانول مطلق می‌افزاییم و پس از بهم زدن شدید، آن را به مدت یک ساعت در دمای -15°C نگهداری می‌کنیم. هیدروکربنهای سنگین رسوب می‌کنند و با صاف کردن، می‌توان آنها را جدا کرد و با تبخیر باقیمانده الکل، عصاره خالص (Absolute) بدست می‌آید.

- جداسازی توسط کروماتوگرافی ستونی:

تعداد ترکیبهای تشکیل دهنده اسانسها با توجه به نوع گیاه متغیر است و گاهی در یک اسانس بیش از صد ترکیب مختلف یافت می شود. در چنین مواردی کروماتوگرام حاصل از GC بسیار شلوغ است و با توجه به محدوده قطبیت ترکیبهای تشکیل دهنده اسانسها برخی از پیکها با هم همپوشانی نموده و امکان تشخیص درست آنها مشکل می شود. کروماتوگرافی ستونی که باعث تبدیل اسانس به فراکسیونهای با قطبیت مختلف منجر می گردد می تواند مفید باشد. در چنین مواردی کروماتوگرافی بر روی بستر سیلیکاژل با اندازه mesh 70-230 صورت گرفته و به عنوان حلال شوینده از هگزان، هگزان و اتر (با درصدهای مختلف) اتر و اتر - الکل (با درصدهای مختلف) استفاده شده است که محلول خروجی ستون در ۱۸ الی ۲۴ فراکسیون جمع آوری گردید.

- جداسازی و شناسایی با دستگاههای GC و GC/MS.

پس از تبدیل اسانس به فراکسیونهای مختلف و تزریق به GC و GC/MS با استفاده از زمان بازداری ترکیبها (t_r)، اندیس بازداری کواتس (K.I) طیف جرمی و مقایسه این پارامترها با ترکیبهای استاندارد به شناسایی ترکیبهای تشکیل دهنده اسانس اقدام گردید. درصد کمی این ترکیبها نیز با محاسبه سطوح زیر منحنی در کروماتوگرامهای مورد نیاز محاسبه گردید.

تحقیقات گیاهان دارویی و معطر ۷

- ویژگیهای دستگاههای مورد استفاده:

الف - دستگاه گاز کروماتوگراف (GC)

گاز کروماتوگراف شیمادزو الگوی 9A

ستونها:

۱- CBP-5 (به طول ۲۵ متر و قطر ۰/۳۲ میلیمتر، ضخامت لایه فاز ساکن ۰/۵

میکرون)

۲- DB-1 [دی متیل سیلوکسان، ۱۰۰٪ متیل] به طول ۶۰ متر و قطر ۰/۲۵ میلیمتر

و ضخامت لایه فاز ساکن ۰/۲۵ میکرون]

۳- ستون DB-WAX [پلی اتیلن گلیکول، PEG] به طول ۶۰ متر و قطر ۰/۲۵

میلیمتر و ضخامت لایه فاز ساکن ۰/۲۵ میکرون)

داده پرداز مورد استفاده: Chromatopac-CR3A

روش محاسبه غلظت: Area Normalization

برنامه ریزی حرارتی:

- برای ستون CBP5 - ۴۰°C تا ۲۵۰°C با سرعت ۴°C در دقیقه

- برای ستون DB-1 از ۷۰°C تا ۱۰۰°C با سرعت ۱/۵ درجه در دقیقه و از ۱۰۰°C تا

۱۸۰°C با سرعت ۲°C در دقیقه

- برای ستون DB-WAX - از ۵۵°C تا ۱۸۰°C با سرعت ۲ درجه در دقیقه

گاز حامل: هلیوم و نیتروژن

ب - دستگاه گاز کروماتوگراف کوپل شده با طیف سنج جرمی (GC/MS)

دستگاه GC/MS مدل 3400 - Varian

دارای ستونهای:

۱- DB-5 (۵٪ فنیل، ۹۵٪ دی متیل سیلوکسان) به طول ۲۵ متر و قطر داخلی ۰/۲۵

تحقیقات گیاهان دارویی و معطر ۸

میلیمتر و ضخامت لایه فاز ساکن ۰/۵ میکرون

۲- DB-1 (دی متیل سیلوکسان، ۱۰۰٪ متیل) به طول ۶۰ متر و قطر داخلی ۰/۲۵

میلیمتر

۳- DB-WAX (پلی اتیلن گلیکول، PEG) به طول ۶۰ متر و قطر داخلی ۰/۲۵

میلی متر

به عنوان نمونه‌ای از برنامه‌ریزی حرارتی و مشخصات طیف‌سنج جرمی به صفحات

بعد مراجعه شود.

Control 100% = 1000 Adjustments Setup Status TIC 77 Ranges Ioniz. 10000 usec Exit EI

15 20 25

LO MASS HI MASS

Automatic Setup

Saturn tunes for maximum sensitivity!

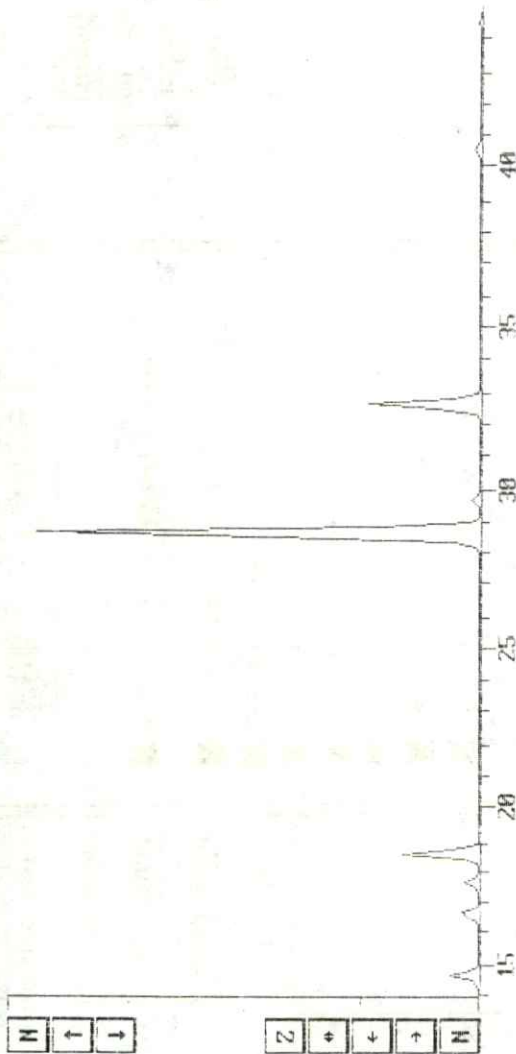
- Check for Air/Water
- Check Integrator Zero
- Set Electron Multiplier Voltage
- Set Filament Emission Current
- Check Calibration Gas Pressure
- Set AGC Target
- Perform Mass Calibration
- Run all tests Quick setup

80 85 90 95

MULT
 ION TIME



■ Control Adjustments Setup Status Ranges Exit
 100% = ^176.9 TIC 4888 Ioniz. 305 usec EI



Check Air/Water

OK

Low Air High

28 width 0.5 AMU

19/18 ratio 2 %

OK

Low Water High

OK

Cancel

Exit

File Control Autosampler Util Analysis List Editor

Path E:\DATA\N
Sample SALVIA REUTERANA BOISS
Operator DR.MIRZA
Comments SALVIA REUTERANA DB-1 (INST.SPES.DR.MIRZA & M.SC.AHMADI
Datafile SAL-REU#

Analysis List E:\DATA\NDB-1
Autosampler Varian 8100
Entry Count 39

Clear

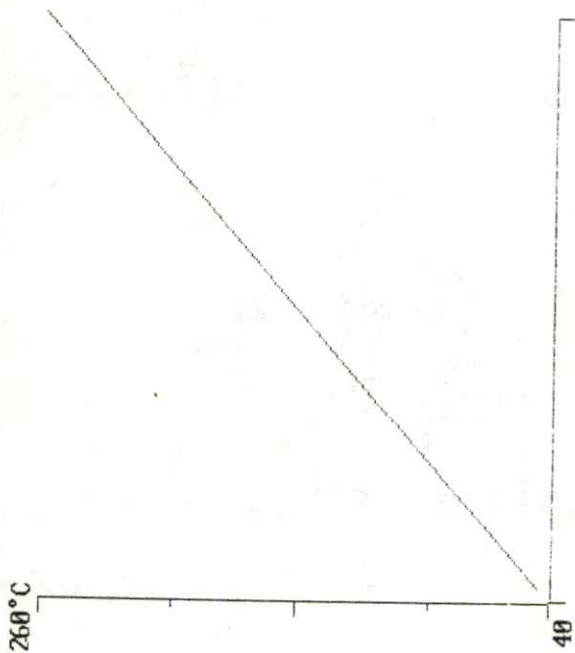
Select

Edit

#	Datafile	AS Method	Vial	GC Method	MS Method	Procedure	Mult	Div	Factor	IS
1	THYM-F#1			ROM	ROM		1.000	1.000	1.000	
2	SAL-REU#			REU	REU		1.000	1.000	1.000	
3	SAL-SCLA			REU	REU		1.000	1.000	1.000	
4	S-SCL-EX			REU	REU		1.000	1.000	1.000	
5	S-SC-CZH			REU3	REU3		1.000	1.000	1.000	
6	S-SC-ABS			REU4	REU4		1.000	1.000	1.000	
7	S-SCL-AB			REU2	REM		1.000	1.000	1.000	
8	S-SCL-AR			REU	REU		1.000	1.000	1.000	
9	S-SCL-SH			REU	REU		1.000	1.000	1.000	
10	S-SC-STM			REU3	REU3		1.000	1.000	1.000	
11	SAL-NEM			REU	REU		1.000	1.000	1.000	
12	SAL-OFF1			REU	REU		1.000	1.000	1.000	
13	SAL-HYPO			REU	REU		1.000	1.000	1.000	

Add Expand Del UnDel De1A11 Home PgUp PgDn End

■ File Control Segment Parameters Configuration Exit
 GC Method: F:\DATA\NELEGANUS



Seg	Temp	Rate	Time	Total
1	260	4.0	55.00	55.00

Start	40 °C	Event 1
End	260 °C	Event 2
Rate	4.0 °C/min	Event 3
Time	55.00 min	Event 4

Column 40 °C
 Set 270 °C
 Actual 50 °C
 Injector 280 °C
 Xfer Line 55 °C

File Segment

Exit

Acquisition Method: F:\DATA\NELEGANUS

Current Segment: 1 of 1

Mass range	<input type="text" value="40"/>	to	<input type="text" value="350"/>	amu	Ioniz. mode	<input type="text" value="EI"/>
Seconds/scan	<input type="text" value="1.000"/>	(<input type="text" value="4"/>	uScans)	Auto ion control	<input type="text" value="ON"/>
Acquire time	<input type="text" value="55"/>	minutes	Cal gas	<input type="text" value="ON"/>		<input type="text" value="OFF"/>
Fil/Mul delay	<input type="text" value="240"/>	seconds				
Peak threshold	<input type="text" value="10"/>	count(s)				
Mass defect	<input type="text" value="100"/>	mmu/100amu				
Background mass	<input type="text" value="39"/>	amu				

<Ctrl-T> - Toggle ion control
<Ctrl-C> - Cal gas toggle

PREVIOUS
SEGMENT

NEXT
SEGMENT

?

Log Information
Sample MENTHA
Operator DR. MIRZA
Comment

E:\SATURN\MENTHA

Date: 09/17/94 09:49:38

Mass Spectrometer Method Table

Instrument set points	
Multiplier set voltage	2200 volts
Manifold set temperature	170 °C
Emission set current	20 micro amps
A/M amplitude set voltage	4.0 volts
User cancelled acquisition	no
End instrument set points	
Acquire segment #	1
Target value	36700
Low mass	40 amu
High mass	250 amu
Scan rate	1000 milli seconds
Segment acquire time	40 minutes
Threshold	10 counts
Filament delay	180 seconds
Mass defect	100 milli mass/100 amu
Background mass	39 amu
Calibration gas	no
Scan mode	EI
Ionization control	automatic
End acquire segment #	1

↑-Prev seg ↓-Next seg

Esc or click to close