	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50260.1 – Stanovení obsahu silic	Vydání	1
		Revize	1

STANOVENÍ OBSAHU SILIC

1 Účel a rozsah

Postup je určen pro stanovení obsahu těkavých olejů (silic) v kořeni, kořenících látkách a bylinách.

2 Princip

Silice se z analyzovaného materiálu vydestilují s vodní parou na speciální aparatuře za předepsaných podmínek. Destilát se jímá v kalibrované trubici a po ukončení destilace se odečte jeho objem.


3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Destilovaná nebo deionizovaná voda.
- 2 Xylen.
- 3 Glycerol.
- 4 Želatina, potravinářská.
- 5 Směs k mazání kohoutu destilační aparatury dle ČsL 4 (pro destilaci podle 5.3).
Příprava: 10,0 g želatiny (4) se nechá přes noc nabobtnat v asi 10 ml vody (1). Pak se rozpustí přidávkem 40 ml horké vody (1) a k roztoku se přidá 50,0 g glycerolu (3).

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Analytické váhy s přesností 0,001 g.
- 2 Topné hnízdo s regulací teploty.
- 3 Destilační aparatura na stanovení silic v rostlinných drogách dle Českého lékopisu 2009 (ČL 2009) pro stanovení podle 5.2. nebo destilační aparatura na stanovení silic v rostlinných drogách dle Československého lékopisu 4 (ČsL 4) pro stanovení podle 5.3.
- 4 Varná baňka s plochým dnem, 1000 ml nebo 500 ml.
- 5 Skleněné varné kuličky.
- 6 Filtrační papír, kruhový výsek, (15 – 18,5) cm.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50260.1 – Stanovení obsahu silic	Vydání	1
		Revize	1

5 Postup

5.1 Příprava zkušební vzorku

Při přípravě zkušební vzorku se vychází z požadavků norem pro jednotlivé koření či byliny, viz tabulka č. 1. Pokud je potřeba vzorek namletý, odebere se pouze potřebné množství laboratorního vzorku, které se namele na požadovaný stupeň jemnosti na vhodném laboratorním mlýnku. Postup mletí je popsán v JPP Úprava vzorků krmiv a rostlinného materiálu, kap. 5.10, postup 60160.1 Úprava vzorků speciálních plodin. Vzorek se mele vždy těsně před vlastním stanovením a během mletí nesmí docházet k jeho zahřívání.

5.2 Stanovení obsahu silic podle ČL 2009

Silice se z analyzovaného materiálu vydestilují s vodní parou. Destilát se jímá v kalibrované trubici, silice se zachycuje v xylenu a vodná fáze se automaticky vrací zpět do destilační baňky. Po ukončení destilace se odečte celkový objem organické fáze. Obsah silic se vypočítá po odečtení objemu xylenu.

Stanovení se provádí podle charakteru zkoušeného koření nebo bylin. Doporučené navážky vzorku, množství vody potřebné pro destilaci a doba destilace se pro jednotlivé typy vzorků uvádí v tabulce č. 1. Přidávaný objem xylenu je obvykle 0,50 ml. Zkušební vzorek se naváží na filtrační papír s přesností 0,01 g.

5.2.1 Příprava aparatury


Použije se důkladně vyčištěná destilační aparatura (obrázek č. 1). Do varné baňky se převede předepsané množství vody, přidá se několik varných kamínků a připojí se kondenzační část. Nálevkou *N* se vlije do aparatury voda tak, aby její hladina dosáhla bodu *B*. Vyjme se zátka *K'* a pipetou, jejíž konec se dotýká spodní části trubice *K*, se přidá předepsané množství xylenu. Zátka *K'* se uzavře, otvor v zátce odpovídá polohou otvoru v trubici *K*. Kapalina v baňce se zahřeje k varu a není-li předepsáno jinak, destiluje se 30 min rychlostí (2 – 3) ml/min. Pak se zahřívání přeruší a po nejméně 10 min se odečte objem xylenu v odměrné trubici (V_0).

5.2.2 Stanovení objemu silice

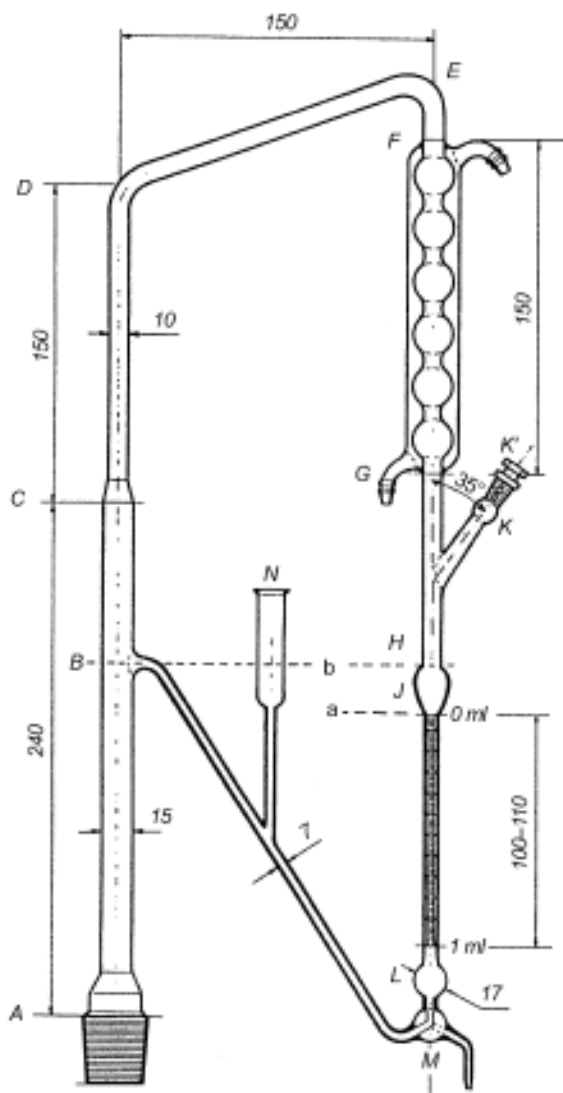
Filtrační papír s naváženým zkušebním vzorkem se vsune do varné baňky, ta se opět spojí s kondenzační částí a pokračuje se v destilaci výše uvedeným způsobem po předepsanou dobu a předepsanou rychlostí (viz tabulka č. 1). Pak se zahřívání ukončí a po 10 min se odečte objem organické fáze tzn. směs těkavých olejů (silic) a xylenu (V_1), zachycené v odměrné trubici.

Poznámky

- Ověření rychlosti destilace. Během destilace se sníží pomocí trojcestného kohoutu hladina vody tak, aby odpovídala polohou značce **a**. Kohout se uzavře a změří se čas potřebný k tomu, aby hladina dosáhla horní značky **b**. Vypočítá se rychlost destilace. Kohout se opět otevře a pokračuje se v destilaci. Rychlost destilace se upraví vhodnou intenzitou zahřívání.*


 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50260.1 – Stanovení obsahu silic	Vydání	1
		Revize	1

Obrázek č. 1. Destilační aparatura na stanovení silic v rostlinných drogách dle ČL 2009.



Popis aparatury – kondenzační část (rozměry jsou uvedeny v milimetrech):

- N nálevka,
- K' zátka se zábrusem, opatřená odvětrávacím otvorem,
- K postranní trubice s otvorem o průměru 1 mm, shodným s odvětrávacím otvorem zátky,
- J hruškovitě rozšířená část, objem 3 ml,
- JL odměrná trubice, objem 1 ml, dělená po 0,01 ml,
- L kulovitá část, objem asi 2 ml,
- M trojcestný kohout.

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50260.1 – Stanovení obsahu silic	Vydání	1
		Revize	1

5.3 Stanovení obsahu silic podle ČsL 4

Silice se z analyzovaného materiálu vydestilují s vodní parou. Destilát se jímá v kalibrované trubici a po ukončení destilace se odečte jeho objem.

Poznámky

- 2 *Metoda je vhodná pro vzorky kmínu případně dalších druhů bylin a koření, které obsahují silice s měrnou hmotností nižší než má voda. Pokud obsahují silice s měrnou hmotností vyšší než voda, je nutné provádět stanovení s přidavkem xylenu podle bodu 5.2. Přidavkem xylenu se měrná hmotnost destilátu sníží.*


5.3.1 Příprava aparatury

Použije se důkladně vyčištěná destilační aparatura (obr. č. 2). Kohout se zábrusem se namaže želatinovou mazací směsí (5) rozehřátou na vodní lázni. Po namazání a sestavení se kohoutem již nesmí otáčet.

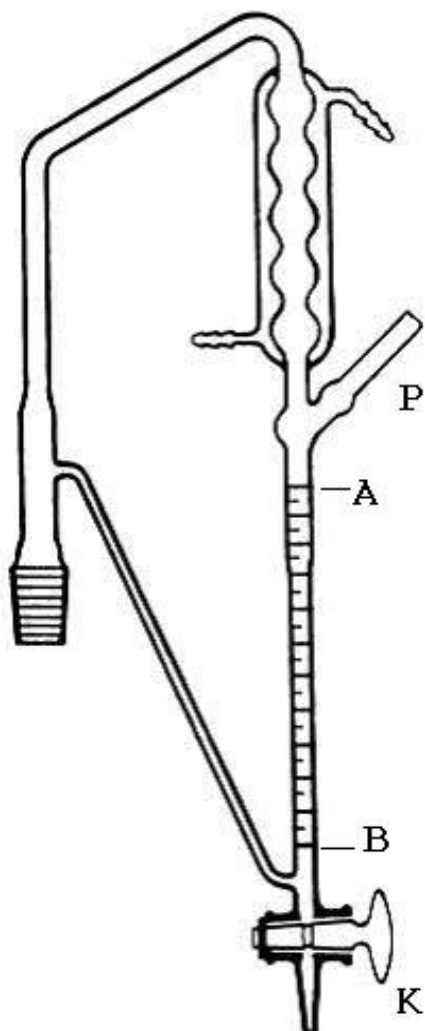
5.3.2 Stanovení objemu silice

Podmínky stanovení jsou dány podle charakteru zkoušeného koření nebo bylin. Doporučené navážky vzorku, množství vody potřebné pro destilaci a doba destilace se pro jednotlivé typy vzorků uvádí v tabulce č. 1.

Naváží se zkušební vzorek s přesností 0,01 g. Vzorek se převede do 1000ml varné baňky s plochým dnem a přidá se voda (1). Baňka se připojí k destilační aparatuře. Přes postranní trubici se naplní aparatura vodou (1) tak, aby voda přetékala do varné baňky. Pak se postranní trubice zlehka ucpe chomáčkem vaty. Obsah baňky se zahřeje k varu a destiluje se příslušnou dobu, viz tabulka č. 1. Občas se baňkou zakrouží tak, aby se ze stěn spláchly ulpělé částice vzorku. Po ukončení destilace se počká 5 min, pak se výstupní kohout ponoří do kádinky s horkou vodou, čímž se uvolní želatinová mazací směs. Celý objem predestilované silice se opatrným pootočením kohoutu spustí do odměrné trubice. Počká se dalších 5 min, aby silice stekla a odečte se její objem (V). Pak se odpustí zbytek vody a silice se převede do vhodné nádoby. Takto připravenou silici lze použít pro další analytické účely.

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	5
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50260.1 – Stanovení obsahu silic	Vydání	1
		Revize	1

Obrázek č. 2. Destilační aparatura na stanovení silic v rostlinných drogách dle ČsL 4.



Popis aparatury – kondenzační část:


P postranní trubice,

K kohout se zábrusem,

AB odměrná trubice, objem 2 ml, dělená po 0,02 ml.


Poznámky

3 *K čištění aparatury se doporučuje kapalným detergentem nebo roztokem dichromanu draselného v kyselině sírové.*

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	6
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd	Vydání	1
		50260.1 – Stanovení obsahu silic	Revize

Tabulka č. 1. Doporučené parametry pro analýzu koření a bylin.

Koření/bylina	Hmotn. zkušeb. vzorku (g)	Stav pro destilaci	Objem vody (ml)	Destilační doba (h)
Anýz	25	mletý	500	4
Bazalka	50	celé listy	500	5
Heřmánek římský	30	celé listy	300	3
Heřmánek obecný	50	celé listy	500 0,5 mol/l HCl	4
Kmín kořený, ČL 2009	10	mletý	200	1,5
Kmín kořený, ČSN ISO 6571	20	celý	300	4
Kmín kořený, dle ÚKZÚZ	10	mletý	300	3
Kmín římský	25	mletý	500	4
Kardamon	20	celý	400	5
Skořice kasia	40	mletá	400	5
Skořice cinnamon	40	mletá	400	5
Hřebíček	4	mletý	400	4
Koriandr	40	mletý	400	4
Kari, prášek	25	mletý	500	4
Nové koření	30	mleté	500	5
Kurkuma	40	mletá	400	5
Kopr	25	mletý	500	4
Petržel	40	celá/listy	600	5
Kerblík	40	celý/listy	600	5
Fenykl	25	mletý	300	4
Česnek	25	mletý	500	4
Zázvor	30	mletý	500	4
Jalovec	25	mletý	500	5
Muškatový květ	15	mletý	400	4
Muškatový ořech	15	mletý	400	4
Majoránka, sweet	40	celá/listy	600	4
Majoránka, wild	40	celá/listy	600	5
Máta peprná	40	celá/listy	600	4
Máta polej (Penny royal)	40	celá/listy	600	5
Máta klasnatá	40	celá/listy	600	5
Rozmarýna	40	celá/listy	600	5
Saturejka	40	celá/listy	600	5
Estragon	40	celý/listy	600	5
Tymián	40	celý/listy	600	5
Směs bylin	40	celé/listy	600	4
Směs koření	40	mletá	600	5

	Národní referenční laboratoř	Strana	7
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50260.1 – Stanovení obsahu silic	Vydání	1
		Revize	1

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Obsah silic se vyjádří v ml na 100 g původního vzorku a vypočítá se v závislosti na typu stanovení podle uvedených vztahů.

6.1 Výpočet obsahu silic – stanovení podle bodu 5.2

$$x = \frac{V_1 - V_0}{m} \times 100$$

kde V_0 je objem xylenu v ml, změřený před destilací vzorku,

V_1 celkový objem silic a xylenu v ml, změřený po vlastní destilaci vzorku,

m obsah zkušební vzorku v g.

6.2 Výpočet obsahu silic – stanovení podle bodu 5.3

$$x = \frac{V}{m} \times 100$$

kde V je objem silic v ml,

m obsah zkušební vzorku v g.

7 Literatura

- 1 Český lékopis 2009, 1. díl. Stanovení silic v rostlinných drogách; Grada Publishing, a.s., Praha, 2009; str.312-313.
- 2 Český lékopis 2009, 2. díl. Carvi fruktus - Kmínový plod; Grada Publishing, a.s., Praha, 2009; str.1603-1604.
- 3 ČSN ISO 6571 Koření, kořenící látky a byliny. Stanovení obsahu těkavých olejů (silic)
- 4 Československý lékopis 4, 1. svazek. Stanovení silic; Praha, 1987; str.101.