

Тонкослойная хроматография

Около 1,0 г сырья, измельченного до величины частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 1 мм, помещают в колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 10 мл спирта 96 % и нагревают с обратным холодильником при умеренном кипении на водяной бане в течение 30 мин. Извлечение охлаждают и фильтруют через бумажный фильтр (испытуемый раствор).

На линию старта аналитической хроматографической пластинки со слоем силикагеля с флуоресцентным индикатором наносят 10 мкл испытуемого раствора и рядом 20 мкл раствора стандартного образца (СО) силибина (см. раздел «Количественное определение» приготовление раствора АСО силибина). Пластинку с нанесенными пробами сушат, помещают в камеру, предварительно насыщенную в течение не менее 2 ч смесью растворителей углерода тетрахлорид – ацетонитрил (6:4), и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт растворителей пройдет около 80 – 90 % длины пластинки от линии старта, ее вынимают из камеры, сушат до удаления следов растворителей и просматривают в УФ-свете при длине волны 254 нм.

На хроматограмме растворов СО должна обнаруживаться зона адсорбции фиолетового цвета.

На хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться зона адсорбции фиолетового цвета на уровне зоны адсорбции СО силибина, допускается обнаружение других зон адсорбции.

Хроматограмму обрабатывают свежеприготовленным диазореактивом, выдерживают в сушильном шкафу при температуре 100 - 105 °С в течение 5 мин.

На хроматограмме растворов СО должна обнаруживаться зона адсорбции желто-оранжевого цвета.

На хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться зона адсорбции желто-оранжевого цвета на уровне зоны адсорбции СО силибина,