

1. Тонкослойная хроматография

На линию старта аналитической хроматографической пластинки со слоем силикагеля наносят 10 мкл настойки и 5 мкл раствора СО рутина (см. раздел «Количественное определение», раствор А СО рутина). Пластинку с нанесенными пробами сушат на воздухе, помещают в камеру, предварительно насыщенную в течение не менее 1 ч смесью растворителей этилацетат – муравьиная кислота – вода (80:10:10) и хроматографируют восходящим способом. После прохождения фронта растворителей 80 – 90 % длины пластинки от линии старта, пластинку вынимают и оставляют под тягой до удаления следов растворителей. После высушивания пластинку просматривают в УФ-свете при длине волны 365 нм в течение 30-40 мин.

На хроматограмме раствора СО рутина обнаруживается зона адсорбции коричневого цвета.

На хроматограмме настойки должны присутствовать зона адсорбции коричневого цвета на уровне зоны адсорбции на хроматограмме раствора СО рутина, а также зоны голубовато-зеленого, светло-зеленого, голубого, коричневого, ярко голубого и красного цвета (флавоноиды, кумарины, фенолкарбоновые кислоты). Допускается присутствие дополнительных зон.

2. 3 мл настойки упаривают до 1 мл на водяной бане, разбавляют водой в соотношении 1:2 и обрабатывают последовательно в делительной воронке 3 раза петролейным эфиром (объемом по 2 мл). Водную (раствор А) и эфирную (раствор Б) фазы отделяют друг от друга.

2 мл раствора Б выпаривают досуха и остаток растворяют в 1 мл спирта 96 %. К полученному раствору добавляют несколько капель натрия гидроксида раствора 5 %. Раствор приобретает желтый цвет. Затем к раствору прибавляют несколько капель диазореактива. Раствор приобретает красно-оранжевую окраску (кумарины).

3. К 2 мл раствора А и раствора Б добавляют по 0,5 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и 0,03-0,05 г цинковой пыли. При нагревании в растворе А появляется интенсивное розовое