

Приготовление растворов

Раствор стандартного образца (СО) ментола. Около 0,1 г СО ментола растворяют в 10 мл спирта 96 % Срок годности раствора 30 суток при хранении в холодильнике.

10 мл настойки упаривают до 5 мл на роторном испарителе при 35 °С, затем экстрагируют смесью гексан – метилхлорид (1 : 1) 3 раза по 5 мл. Органическую фазу упаривают на роторном испарителе при 30 °С досуха. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл спирта 96 % (испытуемый раствор).

1. На линию старта аналитической хроматографической пластинки со слоем силикагеля наносят 5 мкл испытуемого раствора и 1 мкл раствора СО ментола. Пластинку с нанесенными пробами сушат на воздухе, помещают в камеру, предварительно насыщенную в течение не менее 1 ч смесью растворителей толуол – уксусная кислота – ацетон (80:10:10), и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт растворителей пройдет около 80 – 90 % длины пластинки от линии старта, ее вынимают из камеры, сушат на воздухе в течение 10 мин и просматривают в УФ-свете при длине волны 365 нм.

На хроматограмме испытуемого раствора должны обнаруживаться 2 зоны адсорбции коричневого цвета.

Затем хроматограмму обрабатывают смесью уксусной кислоты ледяной с серной концентрированной кислотой (50:1), нагревают при температуре 105 – 110 °С в течение 5 – 10 мин и просматривают при дневном свете в течение 10 – 12 мин.

На хроматограмме раствора СО ментола в верхней трети должна обнаруживаться зона адсорбции синего цвета.

На хроматограмме испытуемого раствора от линии старта должны обнаруживаться зоны темно-красного цвета, зона желтого цвета; серо-фиолетовая зона и две зоны светло-красного цвета ниже и выше зоны на хроматограмме СО ментола; допускается обнаружение дополнительных зон адсорбции.

2. 15 мл настойки дистиллируют, к дистилляту добавляют 2 мл цинка сульфата раствора 1 % и 0,5 мл натрия нитропруссиды раствора 1 %, хорошо