

1. Тонкослойная хроматография

Приготовление растворов

Калия йодида йодированный раствор подкисленный. 1,0 г йода и 10,0 г калия йодида растворяют в 98 мл воды, затем приливают 2 мл уксусной кислоты и перемешивают.

На линию старта аналитической хроматографической пластинки со слоем силикагеля наносят 20 мкл настойки и 5 мкл раствора СО кофеина (см. Количественное определение») в виде точки. Пластинку с нанесенными пробами сушат на воздухе в течение 15 мин и помещают в камеру, предварительно насыщенную в течение 40 мин смесью растворителей хлороформ – спирт 96 % (90:10) и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт растворителей пройдет около 80 – 90 % длины пластинки от линии старта, ее вынимают из камеры, сушат при температуре 100 °С в течение 10 мин, обрабатывают калия йодида йодированным раствором подкисленным, затем хлористоводородной кислотой разведенной 8,3 %, сушат и просматривают при дневном свете.

На хроматограмме раствора СО кофеина должна обнаруживаться зона адсорбции коричневого или фиолетово-коричневого цвета.

На хроматограмме настойки должна обнаруживаться зона адсорбции коричневого или фиолетово-коричневого цвета на уровне зоны адсорбции на хроматограмме раствора СО кофеина; допускается обнаружение зоны коричневатого цвета, зоны желтого цвета на линии старта.

2. 1 мл настойки помещают в пробирку вместимостью 5 мл, прибавляют 0,1 мл железа(III) хлорид раствора 3 %; должно наблюдаться появление черно-зеленого окрашивания. К смеси осторожно прибавляют по стенке пробирки 1 мл серной кислоты концентрированной; граница раздела фаз должна окраситься в темно-красный или коричневатокрасный цвет, верхняя фаза – в коричневый цвет (гликозиды).

3. К 1 мл настойки прибавляют 1 мл аммиака раствора 10 % и осторожно нагревают на водяной бане при температуре около 70 °С; должно