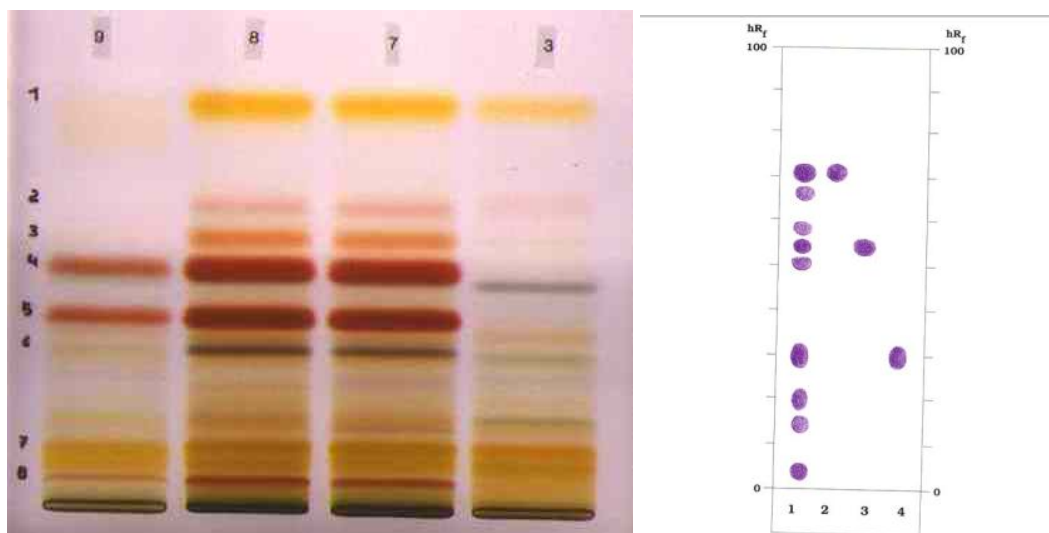


РЕАКТИВЫ ДЛЯ ПРОЯВЛЕНИЯ ХРОМАТОГРАММ

Применяемые для проявления хроматограмм реактивы должны обладать высокой химической чистотой. В отдельных случаях используются специальные реактивы, проверенные хроматографически.

При приготовлении некоторых реактивов должна соблюдаться большая осторожность, так как при этом используются токсические легколетучие и даже взрывоопасные вещества. Например, бромциан (реактив № 73), диазотированная сульфаниловая кислота (реактив № 29) и т.д. В случае применения агрессивных растворов (хромовая смесь, "царская водка", хлорид олова II и пр.) необходимо использовать защитные очки.

Перечень реактивов и способы их применения даются в алфавитном порядке.



1. Ализарин для ионов лития, кальция, магния, алюминия, тория, циркония, аммония и селена.

Растворы для опрыскивания:

- 1) насыщенный спиртовой раствор ализарина.
- 2) 1 н. раствор NaOH.

Проведение реакции: хроматограмму опрыскивают раствором 1, непродолжительное время сушат и опрыскивают раствором 2.

Последующая обработка: хроматограмму помещают в камеру, насыщенную парами аммиака.

2. Азотная кислота для алкалоидов и аминов.

Раствор для опрыскивания: к 100 мл абсолютного этанола добавляют приблизительно 50 капель азотной кислоты (1,40). (Наблюдение продуктов разложения в монохроматическом ультрафиолетовом свете).

Примечание. Раствор для опрыскивания этой концентрации или большей может найти применение также для открытия других органических соединений при хроматографии в тонких слоях. Флуоресцирующие пятна появляются часто только после длительного нагревания при 120 °С.

3. Хлорид алюминия для флавоноидов.

Раствор для опрыскивания: 1%-ный раствор хлорида алюминия в этаноле.

Проведение реакции: хроматограмму опрыскивают и рассматривают в монохроматическом ультрафиолетовом свете.

4. Анилин-фосфорная кислота для восстановленных сахаров.

Раствор для опрыскивания: 1 объем 2н. раствора анилина в насыщенном водой бутаноле-1 смешивают с 2 объемами 2н. раствора ортофосфорной кислоты в бутаноле-1.

Последующая обработка: хроматограмму нагревают 10 мин при 105 °С.

5. Анилинфталат для восстановленных сахаров.

Раствор для опрыскивания: 0,93 г анилина и 1,66 г о-фталевой кислоты растворяют в 100 мл насыщенного водой бутанола-1.

Последующая обработка: пропитанную хроматограмму нагревают 10 мин при 105 °С.

6. Анисовый альдегид - серная кислота для стероидов, терпенов, сахаров и т. д.

Раствор для опрыскивания: свежеприготовленный раствор 0,5 мл анисового альдегида в 50 мл ледяной уксусной кислоты с добавкой 1 мл серной кислоты (1,84).

Последующая обработка: 5-10 мин нагревают при 100-110 °С. Розовый фон можно осветлить действием водяных паров (водяная баня). (Вещества, содержащиеся в лишайниках, фенолы, терпены, сахара и стероиды окрашиваются, в зависимости от соединения, в фиолетовый, синий, красный, серый или зеленый цвет).

Варианты:

а) Раствор для опрыскивания: 1 мл анисового альдегида вносят в 97 мл ледяной уксусной кислоты и к смеси добавляют 2 мл концентрированной серной кислоты.

Последующая обработка: нагревают 6 мин при 120 °С.

б) 0,5 мл анисового альдегида растворяют в смеси 10 мл ледяной уксусной кислоты + 85 мл метанола и добавляют 5 мл концентрированной серной кислоты. Для обнаружения производных терпена и др. около 10 мл этой смеси распыляют на пластинке 20X20 см и нагревают приблизительно 10 мин при 100 °С.

в) Для обнаружения сахаров применяют свежеприготовленную смесь 0,5 мл анисового альдегида + 9 мл этанола (95%-ного) + 0,5 мл концентрированной серной кислоты + 0,1 мл ледяной уксусной кислоты. После опрыскивания пластинку нагревают 5-10 мин при 90-100 °С.

7. Антроновый реактив для кетоз.

Раствор для опрыскивания: 0,3 г антрона растворяют в 10 мл ледяной уксусной кислоты и в раствор добавляют 20 мл 96%-ного этанола, 3 мл фосфорной кислоты (1,7) и 1 мл воды. Этот раствор устойчив в холодильнике в течение нескольких недель.

Проведение реакции: после опрыскивания хроматограмму 5-6 мин нагревают до температуры 1100. Кетозы и кетозы, содержащие олигосахарнды, появляются в виде желтых пятен.

8. Ауристрикарбоновая кислота (аммонийная соль) для ионов алюминия, хрома и лития.

Раствор для опрыскивания: 0,1%-ный раствор аммонийной соли ауристрикарбоновой кислоты в 1%-ном водном растворе ацетата аммония.

Последующая обработка: хроматограмму помещают в камеру, насыщенную парами аммиака.

9. Борная кислота - лимонная кислота для хинолинов.

Раствор для опрыскивания: 0,5 г борной кислоты и 0,5 г лимонной кислоты растворяют в 20 мл метанола.

Последующая обработка: 10 мин нагревают при 100°С. (Наблюдение в монохроматическом ультрафиолетовом свете; 8-оксихинолин желтовато-зеленый).

10. Бромкрезоловый зеленый в качестве индикатора.

Раствор для опрыскивания: 0,04 г бромкрезолового зеленого растворяют в 100 мл 96%-ного этанола. К раствору добавляют 0,1 н, раствор натриевой щелочи до ясно выраженного синего окрашивания.

11. Бромкрезоловый пурпуровый для галоген-ионов.

Раствор для опрыскивания: к 0,1%-ному раствору бромкрезолового пурпурового в этаноле добавляют несколько капель разбавленного раствора аммиака до ясно выраженного изменения окраски.

12. Бромтимоловый синий для липидов.

Раствор для опрыскивания: 0,04 г бромтимолового синего растворяют в 100 мл 0,01 н. NaOH.

13. Бензидин для терпенальдегидов, флавоноидов, углеводов.

Раствор для опрыскивания: 0,5 г бензидина растворяют в 20 мл ледяной уксусной кислоты и 80 мл этанола.

Последующая обработка: нагревают 15 мин при 100° (ванилин приобретает окраску от желтой до оранжевой). Пятна некоторых веществ окрашиваются еще сильнее, если после нагревания провести опрыскивание разбавленной соляной кислотой.

14. Бензидин для персульфатов.

Раствор для опрыскивания: 50 мг бензидина растворяют в 100 мл 1 н. уксусной кислоты. После опрыскивания персульфаты окрашиваются в синий цвет.

15. Бензидин - сульфат меди для пиридиимоникарбоновых кислот.

Растворы для опрыскивания: 1) 0,3 г сульфата меди растворяют в 100 мл смеси, состоящей из 5 объемов воды и 4 объемов этанола. 2) 0,1%-ный раствор бензидина в 50%-ном этаноле.

Проведение реакций: после опрыскивания раствором 1 хроматограмму высушивают при 60°, а затем опрыскивают раствором 2 (синие пятна).

16. Бензидин - метапериодат натрия для кислот, сахаров и сахарных спиртов.

Растворы для опрыскивания: 1) 0,1%-ный раствор метапериодата натрия.

2) К раствору 2,8 г бензидина в 80 мл 96% этанола добавляют 70 мл воды, 30 мл ацетона и 1,5 мл 1 н. соляной кислоты.

Проведение реакции: после опрыскивания раствором 1 влажную хроматограмму опрыскивают раствором 2.

17. Бензоилхлорид - хлорид цинка для стероидов.

Растворы для опрыскивания: 1) Раствор 20 г хлорида цинка в 30 мл ледяной уксусной кислоты.

2) 50 г бензоилхлорида растворяют в хлороформе. Раствор доводят до 100 мл хлороформом.

Проведение реакции: пластинки опрыскивают раствором 1, нагревают 5 мин при 90°, сухую хроматограмму опрыскивают раствором 2 и нагревают 2-3 мин при 90° (пятна рассматривают в видимом и ультрафиолетовом свете).

18. Ванилин для аминокислот (орнитин, лизин) и аминов.

Растворы для опрыскивания: 1) 2 г ванилина растворяют в 100 мл н-пропанола.
2) 1% раствор КОН в спирте.

Проведение реакции: хроматограмму опрыскивают раствором 1 и 10 мин нагревают при 110° в сушильном шкафу. Орнитин дает яркую желто-зеленую флуоресценцию в монохроматическом УФ-свете, лизин - слабую желто-зеленую флуоресценцию. После опрыскивания раствором 2 еще раз нагревают. Орнитин сначала окрашивается в розовый цвет, а затем бледнеет, а пролин, оксипролин, пипеколиновая кислота и саркозин через несколько часов окрашиваются в красный цвет, гликоколь становится сине-зеленым, остальные аминокислоты окрашиваются в светло-коричневый цвет.

19. Ванилин - хлорная кислота для прегнантриола и родственных соединений.

Раствор для опрыскивания: 1%-ный раствор ванилина в 10%-ном водном растворе хлорной кислоты. Последующая обработка: 5-7 мин нагревают при 110 0С.

В а р и а н т. 1 г ванилина, 15 а толуолсульфокислоты и 15 мл 60% водного раствора хлорной кислоты в мерной колбе доводят водой до 100 мл.

Последующая обработка описана выше.

20. Ванилин - фосфорная кислота для стероидов.

Раствор для опрыскивания: 1 г ванилина растворяют в 100 мл 50%-ной ортофосфорной кислоты.

Последующая обработка: 10-20 мин нагревают при 120°С.

21. Ванилин - соляная кислота для катехинов.

Раствор для опрыскивания: 0,5 г ванилина растворяют в 50 мл соляной кислоты (1,18). На высушенной при комнатной температуре хроматограмме катехин окрашен в красный цвет.

22. Ванилин - серная кислота для высших спиртов и кетонов.

Раствор для опрыскивания: 3 г ванилина растворяют в 100 мл абсолютного спирта и в раствор добавляют 0,5 мл серной кислоты (1,84).

Последующая обработка: хроматограмму нагревают при 120° до появления зелено-голубых пятен.

П р и м е ч а н и е. Вместо серной кислоты можно применять 1,5 г п-толуолсульфокислоты.

23. Виолуровая кислота для щелочных и щелочно-земельных ионов.

Раствор для опрыскивания: 1,5%-ный водный раствор виолуровой кислоты. **При растворении виолуровую кислоту нельзя нагревать свыше 60°!**

Проведение реакции: после опрыскивания хроматограмму нагревают 20 мин при 100 °С.

Для бария и стронция см. также реактив 109.

Для лития и калия см. также реактив 78. Для магния и кальция см. также реактив 1.

24. Гидразин-сульфат для пиперонала и ванилина.

Раствор для опрыскивания: 90 мл насыщенного водного раствора гидразин-сульфата смешивают с 10 мл 4 н, соляной кислоты. Влажную хроматограмму рассматривают под кварцевой лампой до и после действия паров аммиака.

25. Гидроксамовая кислота - хлорид железа для ацетилхолина и других эфиров холина.

Исходные растворы: а) 20 г хлорида гидроксиламмония растворяют в 50 мл воды. Раствор доводят до 200 мл этанолом и хранят в холодильнике,

б) 50 г гидроокиси калия растворяют в возможно меньшем количестве воды, затем этанолом доводят до 500 мл.

Растворы для опрыскивания: 1) 1 объем раствора "а" смешивают с 2 объемами раствора "б". Выпавший хлорид калия отфильтровывают. Приготовленный таким образом раствор хранят в холодильнике (устойчив около 2 недель).

2) 16 г тонкоизмельченного порошка хлорида железа ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) растворяют в 20 мл 10 н. соляной кислоты. Раствор встряхивают с 200 мл диэтилового эфира до образования однородного раствора. Хорошо закрытый раствор для опрыскивания 2 устойчив в течение длительного времени.

Проведение реакции: хроматограмму опрыскивают раствором 1, высушивают непродолжительное время при комнатной температуре, а затем опрыскивают раствором 2.

26. Глюкоза - анилин для кислот.

Раствор для опрыскивания: 2 г глюкозы растворяют в 20 мл воды; растворяют также 2 мл анилина в 20 мл этанола. Оба раствора сливают в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки н-бутанолом.

Проведение реакции: после опрыскивания хроматограмму нагревают 5-10 мин при 125 °С (темно-коричневое пятно на белом фоне).

27. Глюкоза - фосфорная кислота для ароматических аминов.

Раствор для опрыскивания: 2 г. глюкозы растворяют в смеси 10 мл ортофосфорной кислоты (1,70) и 40 мл воды. В раствор добавляют 30 мл этанола и 30 мл н-бутанола. Последующая обработка: пластинки нагревают около 10 мин, при 115°.

28. Прочная голубая соль В для фенолов и применяемых для реакции сочетания аминов (diazoreактив).

Раствор, для опрыскивания: свежеприготовленный 0,5%-ный водный раствор прочной голубой соли В.

Последующая обработка: опрыскивают 0,1 н. NaOH.

29. Диазотированная сульфаниловая кислота для фенолов и аминов, применяемых в реакциях сочетания.

Приготовление соли диазония: 25 г сульфаниловой кислоты растворяют в 125 мл 10%-ного раствора KOH. (охлажденный раствор смешивают с 100 мл 10% раствора нитрита натрия. Этот раствор постепенно, по каплям при помешивании прибавляют к охлажденной соляной кислоте (40 мл HCl (d=1,19) в 20 мл воды). Температура реакционной смеси не должна быть выше 8 °С. Образовавшуюся диазониевую соль отсасывают на пористом фильтре, промывают последовательно ледяной водой, этанолом, эфиром и высушивают. Полученная таким образом соль, сохраняемая в холодильнике в банках из темного стекла, устойчива несколько месяцев. Вследствие ограниченной устойчивости во многих случаях предпочитают прочную голубую соль В (реактив N 28).

Раствор для опрыскивания: 0,1 г диазониевой соли перед употреблением растворяют в 20 мл 10% водного раствора соды. Примечание. При приготовлении реактива должны быть учтены правила техники безопасности, соблюдаемые при получении и хранении взрывоопасных диазониевых солей.

30. Диазотированный п-нитроанилин для фенолов.

Исходный раствор: 0,7 г п-нитроанилина растворяют в 9 мл концентрированной соляной кислоты (1,19) и разбавляют до 100 мл водой.

Раствор для опрыскивания: 4 мл исходного раствора по каплям при охлаждении льдом смешивают с 5 мл 1% водного раствора нитрита натрия, а затем доводят до 100 мл водой, охлажденной льдом.

Примечание. Каждый раз перед употреблением готовят свежий раствор.

31. Диазотирование и сочетание с 2-нафтолом для обнаружения сульфонамидов.

Растворы для опрыскивания: 1) 1 г нитрита натрия в 100 мл 1 н. соляной кислоты.

2) 0,2%-ный раствор 2-нафтола в 1 н. КОН.

Проведение реакции: опрыскивают свежеприготовленным раствором 1, спустя 1 мин опрыскивают раствором 2 и высушивают хроматограмму при 60 °С.

32. 2,6-Дибромхинонхлоримид для витамина В6.

Раствор для опрыскивания: 0,4%-ный раствор 2,6-дибромхинонхлоримида в метаноле.

33. 2,6-Дихлорхинонхлоримид для антиокислителей, цианамида и его производных.

Раствор для опрыскивания: 1 г 2,6-дихлорхинонхлоримида растворяют в 100 мл абсолютного этанола. Раствор в холодильнике устойчив в течение трех недель. Для мочевины не применим.

34. 2,7-Дихлорфлуоресцеин как флуоресцирующий индикатор для насыщенных и ненасыщенных липидов.

Раствор для опрыскивания: 0,2%-ный раствор 2',7'-дихлорфлуоресцеина в 96%-ном этаноле.

35. 2,6-Дихлорфенолиндофенолнатрий для органических кислот.

Раствор для опрыскивания: 1%-ный раствор 2,6-дихлорфенолиндофенол натрия в этаноле. (Красное пятно на светло-голубом фоне быстро бледнеет).

36. 2,6-Дихлорфенол-индофенол-нитрат серебра для неорганических анионов.

Раствор для опрыскивания (перед употреблением готовят свежий раствор): 0,2 г 2,6-дихлорфенолиндофенолнатрия растворяют в 100 мл 96%-ного спирта, добавляют 3 г нитрата серебра, хорошо встряхивают и фильтруют.

37. 1,3-Диоксинафталин (нафторезорцин)-трихлоруксусная кислота для кетоз и урановых кислот.

Раствор для опрыскивания: 1 объем спиртового раствора нафторезорцина (0,2 г нафторезорцина в 100 мл этанола) перед употреблением смешивают с 1 объемом 20%-ного водного раствора трихлоруксусной кислоты.

Последующая обработка: для обнаружения кетоз нагревают 5-10 мин в сушильном шкафу при 100-105°, для обнаружения урановых кислот нагревают 10-15 мин во влажной атмосфере (водяная баня) при 70-80 °С. Примечание. Окраске мешает присутствие коллидина и пиридина. Вместо нафторезорцина можно применять

резорцин, орцин, флороглюцин или 1-нафтол; 1 объем трихлоруксусной кислоты можно заменить 0,1 частью ортофосфорной кислоты ($d=1,7$).

38. 4-Диметиламинобензальдегид-ацетилацетон для аминсахаров.

Растворы для опрыскивания: 1) 0,5 мл смеси из а мл 50%-ного водного раствора КОН и 20 мл этанола непосредственно перед употреблением добавляют к 10 мл смеси из 0,5 мл ацетилацетона и 50 мл н-бутанола. 2) 1 г 4-диметиламинобензальдегида растворяют в 30 мл этанола. Раствор смешивают с 30 мл соляной кислоты (1,19). Перед употреблением разбавляют 180 мл бутанола-1.

Проведение реакции: после опрыскивания раствором 1 пластинки нагревают 5 мин при 100, а после опрыскивания раствором 2 сушат. 5 мин при 90 °С.

39. Диметиламинобензальдегид - ледяная уксусная кислота - фосфорная кислота для проазуленов и азуленов.

Раствор для опрыскивания: 0,25 г 4-диметиламинобензальдегида (бесцветные кристаллы) растворяют в смеси 50,0 г ледяной уксусной кислоты для анализа, 5 г ортофосфорной кислоты (85%-ная) и 20 мл воды (в темной склянке устойчив в течение месяца).

Последующая обработка: азуленовые углеводороды реагируют уже при комнатной температуре, давая ярко-голубое окрашивание. Проазулены появляются только после 10-минутного нагревания при 80° в виде голубых пятен. Через некоторое время окраска бледнеет и становится от зеленой до желтой. Действием паров воды (водяная баня) можно снова вызвать интенсивное голубое окрашивание.

40. 4-Диметиламинобензальдегид-соляная кислота по Шталю для производных индола.

Раствор для опрыскивания: 1 г 4-диметиламинобензальдегида растворяют в 50 мл соляной кислоты (1,19) и смешивают с 50 мл этанола.

Последующая обработка: сразу после разделения пластики интенсивно опрыскивают, пока они не станут прозрачными (около 10 мл на каждую пластинку 20X20 см). Пластинки, обработанные щелочным летучим растворителем, перед опрыскиванием нагревают 5 мин при 500. В заключение над слоем продувают пары "царской водки". "Царская водка: 3 объема соляной кислоты (1,19) +1 объем азотной кислоты 1,40).

41. 4-Диметиламинобензальдегид - соляная кислота (реактив Эрлиха) для цитруллина, мочевины, триптамина, триптофана.

Раствор для опрыскивания (водный): реактив Эрлиха на уробилиногене.

Раствор для опрыскивания (спиртовой):

1%-ный раствор 4-диметиламинобензальдегида в 96%-ном этаноле.

Проведение реакции: в зависимости от условий опрыскивают водным или спиртовым раствором.

Последующая обработка: обработанную раствором хроматограмму помещают на 3-5 мин в сосуд, насыщенный парами соляной кислоты.

42. 4-Диметиламинобензальдегид - соляная кислота для алкалоидов спорыньи.

Раствор для опрыскивания: 0,5 г 4-диметиламинобензальдегида растворяют в 100 мл горячего циклогексана.

Последующая обработка: после опрыскивания хроматограмму помещают в камеру, насыщенную парами соляной кислоты (голубое окрашивание).

43. 3,5-Динитробензойная кислота для реакции Кедде на дигиталидные пятичленные лактоны.

Раствор для опрыскивания: 1 г 3,5-динитробензойной кислоты растворяют в смеси 50 мл метанола и 50 мл водного 2 н. раствора КОН.

44. 2,4-Динитрофенилгидразин для свободных альдегидных и кетонных групп, а также для кетоз.

Растворы для опрыскивания: 1) 0,4%-ный раствор 2,4-Динитрофенилгидразина в 2 н. соляной кислоте.

2) 1 г 2,4-динитрофенилгидразина в 1000 мл этанола смешивают с 10 мл соляной кислоты (1,19) (желтое пятно).

Примечание. Можно применять раствор 1 или 2.

45. Дифениламин для гликолипидов.

Раствор для опрыскивания: готовят смесь из 20 мл 10%-ного раствора дифениламина в этаноле, 100 мл концентрированной соляной кислоты и 80 мл ледяной уксусной кислоты.

Последующая обработка: нагревают 5-10 мин при 100 °С.

46. Дифениламин - 4-сульфоновокислый барий как флуоресцирующий индикатор для сахаров, барбитуровых кислот и т. д.

Раствор для опрыскивания: готовят насыщенный раствор (0,2%-ный дифениламиносульфоновокислого бария в метаноле.

Последующая обработка: если после интенсивного опрыскивания пятно не флуоресцирует в УФ-свете (254 нм), то пластинку нагревают 5-10 мин при 110 °С.

47. 2-Аминоэтиловый эфир дифенилборной кислоты для α - и γ -пирона.

Раствор для опрыскивания: 1 г 2-аминоэтилового эфира дифенилборной кислоты растворяют в 100 мл метанола.

Проведение реакции: распыляют около 10 мл раствора и рассматривают флуоресценцию в монохроматическом УФ-свете (360 нм).

48. Дифенилкарбазид для ионов серебра, свинца, меди, олова, марганца, цинка и кальция.

Растворы для опрыскивания: 1) 1%-ный раствор дифенилкарбазида в 96%-ном этаноле.

2) 25%-ный раствор аммиака.

49. Дифенилкарбазон для ионов серебра, цинка и кадмия и продуктов присоединения ртути к ненасыщенным липидам.

Растворы для опрыскивания: 1) насыщенный раствор дифенилкарбазона в 96% этаноле. 2) 25%-ный раствор аммиака или 1 н. NaOH.

Проведение реакции: опрыскивают раствором 1, а затем раствором 2.

Примечание. Для продуктов присоединения ртути достаточно опрыскивать 0,1%-ным этанольным раствором дифенилкарбазона.

50. Дипикриламин для холима.

Раствор для опрыскивания: 0,2 г дипикриламина растворяют в смеси 50 мл ацетона и 50 мл бидистиллята (холим и производные появляются в виде красных пятен на желтом фоне).

59. Раствор йода для N-замещенных имидазолов.

Раствор для опрыскивания: 1 г йода растворяют в 100 мл 96% этанола.

Последующая обработка: нагревают 30 мин при 100 °C.

60. а) Раствор азиды йода.

Раствор для опрыскивания: готовят свежий раствор 3,5 г азиды натрия в 100 мл 0,1 н. раствора йода.

Примечание. **Азид йода в сухом состоянии легко взрывается.**

б) Реактив азиды йода.

Растворы для опрыскивания: 1) Готовят свежий раствор 1 г азиды натрия в 100 мл 0,005 н. раствора йода.

2) 1% водный раствор крахмала.

Проведение реакции: сначала опрыскивают раствором 1, затем раствором 2.

61. Йодоплатинат, модифицированный для алкалоидов и различных N-содержащих гетероциклов.

Раствор для опрыскивания: 3 мл 10%-ного раствора платино(IV)хлористоводородной кислоты смешивают с 97 мл воды и прибавляют 100 мл 6% водного раствора йодида калия. В темной склянке сохраняется длительное время.

62. Гексацианоферрат (II) калия для ионов железа (III).

Раствор для опрыскивания: свежеприготовленный 2%-ный водный раствор гексацианоферрата (II) калия.

63. Гексацианоферрат (II) калия - хлорид кобальта (II) для холина.

Растворы для опрыскивания: 1) Свежеприготовленный 1% водный раствор гексацианоферрата (II) калия.

2) 0,5 %-ный водный раствор хлорида кобальта (II).

Проведение реакции: опрыскивают раствором 1, непродолжительное время сушат и опрыскивают раствором 2. Холин становится зеленым.

64. Гексацианоферрат (III) калия - хлорид железа (III) для тиосульфатов.

Растворы для опрыскивания: 1) 1% водный раствор гексацианоферрата (III) калия.
2) 1% водный раствор хлорида железа (III).

Проведение реакции: опрыскивают сначала раствором 1, затем раствором 2 и рассматривают хроматограмму под аналитической кварцевой лампой.

65. Гексацианоферрат (III) калия для витамина В₁ (реакции с тиохромом).

Раствор для опрыскивания: перед употреблением смешивают 1,5 мл 1% водного раствора цианоферрата (III) калия. 20 мл дистиллированной воды и 10 мл 15% раствора NaOH. (После высушивания рассматривают в длинноволновом ультрафиолетовом свете).

66. Гидроокись калия для кумаринов.

Раствор для опрыскивания: 1%-ный раствор КОН в этаноле. Проведение реакции: высушенную после опрыскивания хроматограмму рассматривают под аналитической кварцевой лампой.

67. Йодат калия для симпатикомиметических аминов (фенилэтиламинов).

Раствор для опрыскивания: 1%-ный водный раствор йодата калия.

Проведение реакции: после опрыскивания хроматограмму нагревают 2 мин при 100-110 °С.

68. Йодистый калий-сероводород для тяжелых металлов.

Раствор для опрыскивания: 2%-ный водный раствор йодистого калия.

Проведение реакции: после опрыскивания пластинку сушат и помещают в сосуд с парами аммиака. Через несколько минут пластинку переносят в другой сосуд, заполненный сероводородом. (**Осторожно! Сероводород ядовит и взрывается.** Лучше всего заполнять сосуд газом из аппарата Киппа в тяге).

69. Йодид калия - крахмал для перекисей.

Растворы для опрыскивания: 1) 40 мл 4% водного раствора йодида калия смешивают с 40 мл ледяной уксусной кислоты и добавляют немного (на кончике шпателя) цинковой пыли.

2) 1%-ный свежеприготовленный водный раствор крахмала.

Проведение реакции: после отфильтровывания цинковой пыли опрыскивают раствором 1. Через 5 мин проводят интенсивное опрыскивание реактивом 2, пока слой не станет прозрачным, причем перекись можно обнаружить по выделившемуся йоду в виде голубого пятна.

70. Перманганат калия - уксусная кислота.

Раствор для опрыскивания: смесь равных объемов 0,1 н. Раствора перманганата калия и 2 н. уксусной кислоты.

71. Перманганат калия - серная кислота (универсальный реактив).

Раствор для опрыскивания: 0,5 г перманганата калия в 15 мл концентрированной серной кислоты. (**Осторожно! Опасность взрыва.**)

Проведение реакции: хроматограмму высушивают от растворителя и опрыскивают реактивом; вещества появляются в виде белых пятен на розовом фоне.

72. Нитрат кобальта - аммиакат для барбитуровых кислот.

Раствор для опрыскивания: 1% раствор нитрата кобальта в абсолютном этаноле.

Последующая обработка: хроматограмму высушивают и помещают в сосуд с газообразным аммиаком, насыщенным водяными парами.

В а р и а н т ы: а) Раствор для опрыскивания: 2% спиртовой раствор ацетата кобальта.

Последующая обработка: помещают хроматограмму в сосуд с парами пиридина.

б) Растворы для опрыскивания: 1) 0,5% раствор ацетата кобальта в метаноле.

2) 0,5% раствор гидроокиси лития в метаноле.

Проведение реакции. Опрыскивают раствором 1, а затем раствором 2.

73. Реактив Кенига для алкалоидов с пиридиновым кольцом.

Предварительная обработка. Перед опрыскиванием хроматограмму выдерживают в течение часа в камере, в которой находится стакан с раствором бромциана (яд!). Раствор бромциана готовят из охлажденной насыщенной бромом воды, в которую добавляют 10% раствор цианида натрия до исчезновения окраски брома.

Раствор для опрыскивания: 2 г. п-аминобензойной кислоты растворяют в 75 мл 0.75 н. соляной кислоты. Раствор 96% этанолом доводят до 100 мл.

74. Койевая кислота для ионов металлов.

Раствор для опрыскивания: 0,1 г койевой кислоты растворяют в 100 мл 60% этанола.

Проведение реакции: после опрыскивания наблюдают флуоресценцию в УФ-свете.

75. Коричный альдегид - ангидрид уксусной кислоты - серная кислота для стероидсапонинов.

Растворы для опрыскивания: 1) 1 г коричневого альдегида растворяют в 100 мл абсолютного этанола, 2) свежеприготовленная смесь 12 объемов ангидрида уксусной кислоты и 1 объема серной кислоты (1,84).

Проведение реакции: опрыскивают раствором 1, а затем 5 мин сушат при 90° и опрыскивают раствором 2. Сначала хроматограмму на 1-2 мин оставляют при комнатной температуре, а затем помещают в сушильный шкаф при 90° до появления окрашенных пятен.

76. Коричный альдегид - соляная кислота для производных индола.

Раствор для опрыскивания: 5 мл коричневого альдегида растворяют в 96%-ном этаноле и добавляют 5 мл соляной кислоты (1.19) (готовят свежий).

77. Кверцетин для ионов сурьмы, меди, никеля, железа, хрома, марганца, калия, лития, бериллия.

Раствор для опрыскивания: 0,2%-ный раствор кверцетина в 96% этаноле.

Последующая обработка: опрыскивают 20%-ным раствором аммиака или помещают в камеру, насыщенную парами аммиака (наблюдение в монохроматическом УФ-свете).

78. Ацетат магния для оксиантрахинонов.

Раствор для опрыскивания: 0,5%-ный раствор ацетата магния в метаноле.

Проведение реакции: после опрыскивания нагревают в течение 5 мин до 90 °С. Окрашивание от оранжевого до фиолетового.

79. Малоновая кислота - салициловый альдегид для азотсодержащих гетероциклов и аминов.

Раствор для опрыскивания: 0,2 г малоновой кислоты и 0,1 г салицилового альдегида растворяют в 100 мл абсолютного этанола.

Последующая обработка: пластинки нагревают в течение 15 мин до 120 °С., а затем рассматривают в фильтрованном ультрафиолетовой свете (желтое флуоресцирующее пятно).

80. Метилловый красный с бромтимоловым синим, индикаторы.

Раствор для опрыскивания: 0,2 г метилового красного и 0,2 г бромтимолового синего растворяют в смеси 100 мл раствора формальдегида и 400 мл 96%-ного этанола. 0,1 н. щелочью (NaOH) устанавливают рН 5,2.

Последующая обработка: многократно опрысканную из пульверизатора пластинку вносят в пары аммиака.

81. 4-Метилумбеллиферон для азотсодержащих гетероциклов (флуоресцирующий индикатор).

Раствор для опрыскивания: 20 мг 4-метилумбеллиферона растворяют в 35 мл этанола. Раствор в мерной колбе на 100 мл доводят до метки водой.

Последующая обработка: хроматограмму помещают в сосуд с парами аммиака, а затем рассматривают под аналитической кварцевой лампой.

82. Морин для ионов алюминия.

Раствор для опрыскивания: 1%-ный раствор морина в ледяной уксусной кислоте (яркая светло-зеленая флуоресценция под аналитической кварцевой лампой).

83. Молибдат аммония - цитратный буфер для витамина С.

раствор 1-15% раствор молибдата аммония в 1%-ном аммиаке. Раствор 2 (буфер рН 3,8). Смешивают 48,1 мл 0,1 н. соляной кислоты и 51,9 мл 0,1 М цитрата натрия (21,008 г лимонной кислоты + 200 мл 1 н NaOH в литре).

Раствор для опрыскивания: смешивают 15 мл раствора 1 и 10 мл раствора 2. К смеси добавляют 15 капель серной кислоты (1.84). (Устойчивость: не более 2 дней). Реактив 34 более чувствителен.

84. Молибдат аммония - хлорид олова (II) для фосфорных кислот.

Растворы для опрыскивания: 1) 1%-ный водный раствор молибдата аммония. 2) 1%-ный раствор хлорида олова (II) в 10%-ной соляной кислоте.

Проведение реакции: опрыскивают раствором 1 и после высушивания - раствором 2; в случае необходимости 3-5 мин нагревают при 105 0С.

85. Фосфорномолибденовая кислота - хлорид олова (II) для холина и веществ, содержащих холин.

Растворы для опрыскивания: 1) 1 г фосфорномолибденовой кислоты растворяют в 100 мл смеси равных объемов этанола и хлороформа. 2) 1 г хлорида цинка (II) растворяют в 100 мл 3 н. соляной кислоты. Каждый раз готовят свежий реактив.

Проведение реакции: пластинки опрыскивают раствором 1, сушат 3 мин, опрыскивают раствором 2 и вновь сушат 10 мин.

86. Мочевина - соляная кислота для кетоз.

Раствор для опрыскивания: 5 г мочевины растворяют в 20 мл 2 н. соляной кислоты. Раствор смешивают с 100 мл этанола. Кетозы и кетозы содержащие олигосахариды, приобретают синюю окраску. Непродолжительное нагревание способствует реакции.

87. Гидроокись натрия для D⁴-3-кетостероидов.

Раствор для опрыскивания: 10%-ный водный раствор NaOH.

Проведение реакции: после опрыскивания хроматограмму высушивают в течение 10 мин при 80 °С. D⁴-3-кетостероиды дают желтую флуоресценцию в монохроматическом ультрафиолете.

88. Родизонат натрия для ионов бария и стронция.

Растворы для опрыскивания: 1) 1%-ный водный раствор родизоната натрия.
2) 20%-ный раствор аммиака.

89. Сульфид натрия для ионов сероводородной группы (см. также реактив N 68).

Раствор для опрыскивания: 0,5%-ный раствор сульфида натрия, свежеприготовленный.

90. Тиосульфат натрия - ацетат меди для ионов сурьмы.

Растворы для опрыскивания: 1) Насыщенный водный раствор тиосульфата натрия. 2) 0,4 г ацетата меди растворяют в смеси 2 мл ледяной уксусной кислоты и 48 мл воды.

Проведение реакции: опрыскивают раствором 1, слегка нагревают, избыточный тиосульфат натрия смывают водой, опрыскивают раствором 2.

91. Надхлорная кислота (перхлорная кислота) - хлорид железа (III) для производных индола.

Раствор для опрыскивания: 100 мл 5%-ной перхлорной кислоты смешивают с 2 мл 0,05 М раствора хлорида железа (III).

Примечание. Не реагирует с изатином и другими производными оксиндола.

92. 1-Нафтиламин для эфиров 3,5-динитробензойной кислоты.

Растворы для опрыскивания: 1) 1%-ный раствор 1-нафтиламина в этаноле. 2) 10% раствор едкого кали в метаноле. Красно-коричневое окрашивание. Окрашивание происходит также с родамином В (реактив 114).

93. 2-Нафтохинон-4-сульфо кислота (натриевая соль) для аминокислот.

Раствор для опрыскивания: 0,2 г натриевой соли 2-нафтохинон-4-сульфо кислоты растворяют в 100 мл 5% раствора карбоната натрия. Опрыскивание следует проводить приблизительно через 10-15 мин после приготовления раствора для опрыскивания, без последующей обработки.

94. 1-Нафтол для аргинина и других производных гуанидина.

Раствор для опрыскивания: 1) 0,1% раствор 1-нафтола в 1 н. КОН. 2) Смесь 100 мл 5% водного раствора NaOH и 2 мл брома.

Проведение реакции: сначала опрыскивают раствором 1, затем раствором 2. При обнаружении стрептомицина рекомендуют вместо раствора 2 использовать смесь 50 мл водного раствора гипохлорита натрия (13% активного хлора) и 50 мл этанола.

95. Реактив Несслера для оксиаминокислот (серии, треонин, оксипролин).

Растворы для опрыскивания: 1) 1%-ный водный раствор метапериодата натрия.
2) Реактив Несслера.

Проведение реакции: опрыскивают раствором 1, затем хроматограмму высушивают при комнатной температуре и опрыскивают реактивом 2.

96. Реактива Несслера для алкалоидов.

Раствор для опрыскивания: реактив Несслера. *Примечание.* По данным Шульца и Штрауса, с реактивом Несслера реагируют апоморфин, гидрастинин и физостигмин.

97. Нингидрин для аминокислот и аминов.

Раствор для опрыскивания: 0,3 г нингидрина растворяют в 100 мл н-бутанола и добавляют 3 мл ледяной уксусной кислоты.

Последующая обработка: пластинку нагревают около 30 мин при 60 °С или 10 мин при 110 °С.

Чувствительность: от 0,1 нг для пролина до 0,001 нг для глицина.

Стабилизация окрашенного нингидрином пятна.

Раствор для опрыскивания: 1 мл насыщенного водного раствора нитрата меди с добавкой 0,2 мл 10%-ной азотной кислоты растворяют в 100 мл этилового спирта (96%).

Проведение реакции: на нингидриновое пятно напыляют раствор до максимально интенсивного окрашивания и помещают пластинку в закрытый сосуд, содержащий стакан с концентрированным аммиаком. Образующийся красный комплекс меди устойчив только в отсутствие свободных ионов водорода и сильных комплексообразователей.

98. Нингидрин - нитрат меди для аминокислот (полихроматический реактив).

Исходные растворы: 1) 0,1 г нингидрина растворяют в 50 мл абсолютного спирта и добавляют 100 мл ледяной уксусной кислоты и 2 мл 2,4,6-коллидина. 2) 0,5 г нитрата меди $[\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ растворяют в 50 мл абсолютного спирта.

Перед употреблением смешивают растворы 1 и 2 в отношении 50:3. Пластинки опрыскивают. Последующая обработка: хроматограмму нагревают 4 мин до 110°C и появившееся пятно сразу же отмечают, так как уже через 10 мин оно изменяется и бледнеет (чувствительность около 0,5-1 нг аминокислоты).

99. п-Нитроанилин - периодная кислота для дезоксисахаров.

Растворы для опрыскивания: 1) 1 объем насыщенного водного раствора метапериодата натрия разбавляют 2 объемами воды. 2) 4 объема 1% раствора п-нитроанилина в этаноле смешивают с 1 объемом соляной кислоты (1,19).

Проведение реакции: после опрыскивания пластинки раствором 1 ждут 10 мин, затем опрыскивают раствором 2. Дезоксисахара и гликоли дают желтое сильно флуоресцирующее в УФ-свете пятно. При опрыскивании 5% метанольным раствором NaOH окраска переходит в зеленую.

100. Нитропруссид натрия для SH-соединений (цистеин), и S-соединений (цистин), и для производных цианамиды (аргинин).

Растворы для опрыскивания: 1) 1,5 г нитропруссиды натрия (динатрий пентацианонитрозилферрат) растворяют в 5 мл 2 н. соляной кислоты. После добавления 95 мл метанола и 10 мл раствора аммиака фильтруют. 2) 2 г цианида натрия растворяют в 5 мл воды. Этот раствор доводят метанолом до 100 мл в мерной колбе. Следует принять меры предосторожности при опрыскивании раствором цианида натрия.

Проведение реакции: при опрыскивании раствором 1 SH - соединения появляются в виде красных пятен. Аргинин становится оранжевым, а позже серо-голубым. При опрыскивании раствором 2 появляются соединения с мостиками - S-S в виде красных пятен на желтом фоне.

В а р и а н т для связи S-S:

Растворы для опрыскивания: 1) 5 г цианида натрия и 5 г карбоната натрия растворяют в мерной колбе на 100 мл в 23%-ном этаноле. 2) 2 г нитропруссид натрия растворяют в 100 мл 75% этанола.

Проведение реакции: при опрыскивании раствором 1 SH-соединения сушат на воздухе в течение короткого времени, а затем опрыскивают раствором 2.

100. Нитропруссид натрия для SH-соединений (цистеин), и S-соединений (цистин), и для производных цианамидов (аргинин).

Растворы для опрыскивания: 1) 1,5 г нитропруссид натрия (динатрий пентацианонитрозилферрат) растворяют в 5 мл 2 н. соляной кислоты. После добавления 95 мл метанола и 10 мл раствора аммиака фильтруют. 2) 2 г цианида натрия растворяют в 5 мл воды. Этот раствор доводят метанолом до 100 мл в мерной колбе. Следует принять меры предосторожности при опрыскивании раствором цианида натрия.

Проведение реакции: при опрыскивании раствором 1 SH - соединения появляются в виде красных пятен. Аргинин становится оранжевым, а позже серо-голубым. При опрыскивании раствором 2 появляются соединения с мостиками - S-S в виде красных пятен на желтом фоне.

В а р и а н т для связи S-S:

Растворы для опрыскивания: 1) 5 г цианида натрия и 5 г карбоната натрия растворяют в мерной колбе на 100 мл в 23%-ном этаноле. 2) 2 г нитропруссид натрия растворяют в 100 мл 75% этанола.

Проведение реакции: при опрыскивании раствором 1 SH-соединения сушат на воздухе в течение короткого времени, а затем опрыскивают раствором 2.

101. Нитропруссид натрия для вторичных алифатических и алициклических аминов.

Раствор для опрыскивания: 5 г нитропруссид натрия растворяют в 100 мл 10% водного раствора ацетальдегида. Перед употреблением 1 объем этого раствора смешивают с 1 объемом 2% раствора карбоната натрия.

102. Нитропруссид натрия - гемсанцианоферрат (III) калия для цианамидов и производных.

Раствор для опрыскивания: по 1 объему 10% раствора NaOH, 10% раствора нитропруссид натрия и 10% раствора гексанцианоферрата (III) калия смешивают с 3 объемами воды. Раствор оставляют стоять при комнатной температуре самое малое на 20 мин. В холодильнике этот раствор сохраняется в течение нескольких недель.

В а р и а н т:

Раствор для опрыскивания: 2 мл 5% водного раствора нитропруссид натрия смешивают с 1 мл 10% раствора NaOH и 5 мл 3% раствора пергидроля, затем эту смесь разбавляют. 15 мл воды. Каждый раз надо готовить свежий реактив.

Цианамид - фиолетовый,
дицианамид - карминно-красный,
гуанил-мочевина - желто-оранжевая,
гуанидин - красно-оранжевый,
аргинин-светло-красный,
креатин - карминно-красный,
креатин - желто-коричневый,
агматин-розовый,
гуанидин-уксусная кислота - карминно-красная,
тиомочевина - фиолетовая,
мочевина - светло-розовая.

103. Нитропруссид натрия - NaOH для ненасыщенных лактонов.

Раствор для опрыскивания: 1 % раствор нитропруссид натрия в 1 н. растворе NaOH, который готовят с 50%-ным этанолом (пятна от красных до красно-фиолетовых).

104. Нитропруссид натрия - гидроксилламин для производных тиомочевины.

Раствор для опрыскивания: 0,5 г нитропруссид натрия растворяют в 10 мл воды. К раствору добавляют 0,5 г хлорида гидроксилламина и 1 г бикарбоната натрия. После прекращения выделения газа добавляют 2 капли брома и водой доводят до 25 мл. Реактив сохраняется около двух недель.

105. Нитропруссид натрия - периодат натрия для дезоксисахаров.

Растворы для опрыскивания: 1) Смесь 1 объема насыщенного водного раствора периодата натрия и 2 объемов воды. 2) Смесь 1 объем насыщенного водного раствора нитропруссид натрия, 3 объемов воды и 20 объемов насыщенного раствора пиперазина в 96% этаноле.

Проведение реакции: опрыскивают раствором 1, 10 мин сушат при комнатной температуре и затем опрыскивают раствором 2.

Примечание: Максимальная голубая окраска дезоксисахаров наблюдается спустя 10 мин. Чувствительность обнаружения повышается при замене раствора для опрыскивания II смесью 4 объемов 1% раствора п-нитроанилина в этаноле и 1 объема

36% соляной кислоты (желтое флуоресцирующее пятно в монохроматическом УФ-свете).

106. Хлорид олова - иодид калия для золота.

Раствор для опрыскивания: 5,6 хлорида олова (II) растворяют в 10 мл соляной кислоты (1,19), разбавляют водой до 100 мл и добавляют 0,2 г иодида калия. При опрыскивании пластинки проявляются черные пятна.

107. Хлорид олова (IV) для тритерпенов, стеринов и стероидов.

Раствор для опрыскивания: к 160 мл смеси равных объемов хлороформа и ледяной уксусной кислоты добавляют 100 мл хлорида олова (IV). Последующая обработка: нагревают 5-18 мин при 100° и рассматривают хроматограмму в фильтрованном УФ-свете (365 нм).

Последующая обработка: нагревают 5-18 мин при 100 °С и рассматривают хроматограмму в фильтрованном УФ-свете (265 нм).

108. 8-оксихинолин (оксин) для ионов бария, стронция и кальция.

Раствор для опрыскивания: 0,5 г 8-оксихинолина растворяют в смеси 60 мл этанола и 40 мл воды.

Последующая обработка: опрыскивают 25% раствором аммиака или помещают хроматограмму в насыщенную аммиаком влажную камеру (наблюдение в монохроматическом УФ-свете).

109. 8-оксихинолин - койевая кислота для ионов магния и алюминия.

Растворы для опрыскивания: 1) Раствор 2,5 а 8-оксихинолина и 0,5 г койевой кислоты в 500 мл 90% этанола. 2) 25% раствор аммиака (наблюдение в монохроматическом ультрафиолете).

110. Пикриновая кислота - щелочь для креатинина, гликоциамидина и лактамов а-гуанидиновых кислот.

Растворы для опрыскивания: 1% раствор пикриновой кислоты в этаноле. 2) 5% спиртовой раствор КОН.

Проведение реакции: опрыскивают раствором 1 и после высушивания - раствором 2 (окрашивание в оранжевый цвет).

111. Пиридилазонафтол для уранил - ионов.

Раствор для опрыскивания: 0,25% этанольный раствор пиридилазонафтола (1-(2-пиридилазо)-2-нафтола).

112. Родамин В для ионов калия.

Растворы для опрыскивания: 1) 0,1 н. NaOH. 2) 1% спиртовый раствор реактива на калий. 3) 0,5% спиртовой раствор родамина В.

Проведение реакции: опрыскивают реактивом 1, сушат, опрыскивают реактивом 2 и в заключение опрыскивают реактивом 3. (Интенсивная темно-синяя флуоресценция в монохроматическом УФ-свете. Большое количество калия обнаруживается уже в видимом свете светло-красным пятном на темно-красном фоне).

113. Роданид аммония - сульфат железа (II) для перекисей.

Раствор для опрыскивания: 0,2 г роданида аммония растворяют в 15 мл ацетона. Непосредственно перед употреблением добавляют 10 мл свежеприготовленного 4% водного раствора сульфата железа (II).

Примечание. Только быстрое появление красно-коричневого пятна или зоны указывает на присутствие перекиси. Спустя некоторое время весь слой окрашивается в красновато-коричневый цвет.

114. Родамин В. Общий реактив для обнаружения.

Раствор для опрыскивания: 0,5 г родамина В растворяют в 100 мл этанола.

115. Родамин (диметиламинобензиденроданин) для катионов.

Раствор для опрыскивания: 1-5% раствор родамина в этаноле.

Последующая обработка: опрыскивают 25% раствором аммиака или помещают во влажную камеру, насыщенную парами аммиака (наблюдение в монохроматическом УФ-свете).

116. Рубеановый водород для ионов меди, кобальта, никеля и марганца.

Растворы для опрыскивания: 1) 0,5% раствор рубеанового водорода в 96% этаноле. 2) 25% раствор аммиака.

Проведение реакции: опрыскивают раствором 1, сушат, опрыскивают раствором 2 или помещают хроматограмму во влажную камеру, насыщенную аммиаком.

117. Нитрат ртути (I) для барбитуровых кислот.

Раствор для опрыскивания: 1% водный раствор нитрата ртути (I)

118. Ацетат ртути - дифенилкарбазон для пуринов.

Растворы для опрыскивания: 1) 0,25 г ацетата ртути (I) растворяют с добавлением нескольких капель ледяной уксусной кислоты в 100 мл 96% этанола. 2) 0,05 г дифенилкарбазона растворяют в 100 мл, 96% этанола.

Проведение реакции: сначала опрыскивают раствором 1, а затем раствором 2. Хроматограмма становится фиолетовой, но на месте, где находится пурин, появляется

потемнение. При нагревании до 120 °С в сушильном шкафу с окошком фон постепенно обесцвечивается.

Примечание: Отдельные ртутные пятна имеют различную устойчивость и постепенно исчезают при нагревании, вследствие чего в процессе нагревания необходимо непрерывное наблюдение. Лучше всего обвести карандашом пятна сразу же после их появления.

119. Основной ацетат свинца для урановых кислот и флавоноидов.

Раствор для опрыскивания: отфильтрованный насыщенный водой раствор ацетата свинца. Последующая обработка: сушат в течение 10 мин при 110 °С.

120. Серная кислота для алкалоидов и аминов.

Раствор для опрыскивания: к 100 мл абсолютного этанола добавляют 50 капель серной кислоты (1,84).

Примечание: Благодаря отщеплению воды от таких соединений как глюкозиды, алкалоиды и амины, образуются продукты разложения, которые флуоресцируют в монохроматическом УФ-свете.

121. Нитрат серебра для сахаров и сахарных спиртов.

Раствор для опрыскивания: 1 мл насыщенного водного раствора нитрата серебра при помешивании добавляют к 20 мл ацетона, а затем медленно по каплям прибавляют воду до полного растворения выпавшего нитрата серебра.

Последующая обработка: пластинку помещают приблизительно на 15 мин в камеру, насыщенную аммиаком (в темноте) и сразу после этого нагревают при 80° до появления отчетливых темных пятен.

122. Нитрат серебра - аммиак-флуоресцеин для галоген-ионов.

Растворы для опрыскивания: 1.) 1 г нитрата серебра растворяют в 100 мл 0,5 н. раствора аммиака. 2) 0,1 г флуоресцеина растворяют в 100 мл этанола.

Проведение реакции: сначала опрыскивают раствором 1 и после непродолжительного подсушивания - раствором 2.

123. Нитрат серебра - аммиак для восстановленных веществ (реакция Толленса).

Раствор для опрыскивания: 1 объем 0,1 н. раствора нитрата серебра смешивают по мере необходимости с 1 объемом 5 н. раствора аммиака. Обращаться осторожно! При длительном стоянии образуется взрывчатый азид серебра.

Последующая обработка: 5-10 мин нагревают при 105 °С до появления отчетливых темных пятен.

124. Нитрат серебра - аммиак - хлорид натрия для тиокислот.

Растворы для опрыскивания: 1.) 50 мл 0,1 н. раствора смешивают перед употреблением с 50 мл 10% раствора аммиака. Эту смесь хранить нельзя. 2) 10% водный раствор хлорида натрия.

Проведение реакции: сначала опрыскивают раствором 1, затем сушат и опрыскивают раствором 2. Хроматограмму оставляют на дневном свете на некоторое время до максимального окрашивания пятен.

125. Нитрат серебра - бромфеноловый синий для пуринов.

Раствор для опрыскивания: 0,2 г бромфенолового синего растворяют в 50 мл ацетона. Раствор смешивают с 50 мл 2% водного раствора нитрата серебра (устойчив около недели).

Проведение реакции: после обработки восходящим кислым раствором хроматограмму следует высушить и поместить в пары аммиака. Затем пары аммиака удаляют теплым воздухом и опрыскивают.

126. Нитрат серебра - формальдегид для дизьдрин, альдрин, линдан.

Растворы для опрыскивания: 1) 0,05 н. раствор нитрата серебра. 2) 35% раствор формальдегида. 3) 1 н. раствор КОН в метаноле. 4) Смесь, равных объемов пергидроля и азотной кислоты 1,410 (каждый раз готовят свежую). Проведение реакции: опрыскивают раствором 1. сушат в течение 30 мин на воздухе, затем опрыскивают раствором 2 и снова сушат 30 мин на воздухе; после опрыскивания раствором 3 сушат 30 мин в сушильном шкафу при 130-133 °С; далее опрыскивают хроматограмму раствором 4 и выдерживают 18 часов в темноте, а затем на солнечном свете до появления темно-коричневых пятен.

127. Нитрат серебра - пирогаллол для кислот.

Растворы для опрыскивания: 1) 0,17 г нитрата серебра растворяют в 1 мл воды, добавляют 5 мл раствора аммиака и разбавляют до 200 мл этанолом. 2) 6,5 мг (0,0005 моля) пирогаллола растворяют в 100 мл этанола.

Проведение реакции: сначала опрыскивают раствором 1, потом раствором 2.

128. Хлорид сурьмы (III) для стероидных глюкозидов и витамина А.

Раствор для опрыскивания: 25 г хлорида сурьмы (III) растворяют в 75 г хлороформа, очищенного от этанола. Для очистки от этанола хлороформ пропускают через колонку с активной окисью алюминия. Как правило, применяют насыщенный раствор хлорида сурьмы (III) в хлороформе или в четыреххлористом углероде.

Последующая обработка: после опрыскивания хроматограмму нагревают 10 мин при 100 °С (рассматривают хроматограмму в монохроматическом ультрафиолетовом свете).

129. Хлорид сурьмы (III) - ледяная уксусная кислота для стероидов.

Раствор для опрыскивания: 1 вес. ч. хлорида сурьмы (III) растворяют в 1 вес. ч. ледяной уксусной кислоты.

Последующая обработка: пластинки нагревают 5 мин при 95 °С.

130. Хлорид сурьмы (V) для терпенов, масел и смол.

Раствор для опрыскивания: 2 объема хлорида сурьмы (V) смешивают с 8 объемами четыреххлористого углерода.

Проведение реакции: после опрыскивания пластинки нагревают при 120 °С до появления пятен.

131. Соляная кислота для гликалей.

Раствор для опрыскивания: 1 объем соляной кислот (1,19) смешивают с 4 объемами этанола.

Проведение реакции: при нагревании до 90° появляется гликаль в виде розового пятна. Можно также использовать в качестве общего реактива для опрыскивания.

132. Тиоцианат аммония для перекисей.

Растворы для опрыскивания: 1) 0.4 г тиоцианата растворяют в 30 мл ацетона 2) 1,2 г сульфата железа (II) растворяют в 30 мл воды.

Проведение реакции: сначала опрыскивают раствором 1, недолго сушат, а затем опрыскивают раствором 2.

133. п-Толуолсульфокислота для стероидов и флавоноидов.

Раствор для опрыскивания: 20 г толуолсульфокислоты растворяют в 100 мл абсолютного этанола.

Проведение реакции: после опрыскивания несколько минут нагревают при 100 °С, хроматограмму рассматривают в монохроматическом УФ-свете.

134. Трихлоруксусная кислота для стероидов и их глюкозидов.

Раствор для опрыскивания: 25 г трихлоруксусной кислоты растворяют в 100 мл хлороформа.

Проведение реакции: после опрыскивания хроматограмму сушат в сушильном шкафу при 100 °С и рассматривают под кварцевой лампой.

135. Трифторуксусная кислота для стероидов и гликозидов.

Раствор для опрыскивания: 1% раствор трифторуксусной кислоты в хлороформе. Последующая обработка: 5 мин нагревают при 130 °С.

136. 2,3,5-Трифенилтетразолийхлорид (ТФТХ) для восстановленных сахаров, стероидов, гликозидов, тиокислот.

Раствор для опрыскивания: перед употреблением 1 объем 4% раствора ТФТХ. в метаноле смешивают с 1 объемом 1н. раствора NaOH в метаноле.

Последующая обработка: нагревают 5-10 мин при 110 °С. Каждый раз нагревают до появления отчетливых красных пятен, при этом фон остается практически бесцветным.

**137. Ангидрид уксусной кислоты - серная кислота для тритерпеноидгликозидов и холестерина
(реакция Либермана-Бурхарда).**

Раствор для опрыскивания: осторожно при охлаждении смешивают 5 мл ангидрида уксусной кислоты и 5 мл концентрированной серной кислоты. Смесь при охлаждении медленно доводят до объема 50 мл абсолютным спиртом. Перед употреблением готовят свежий раствор.

Последующая обработка: после опрыскивания пластинку около 10 мин нагревают при 110 °С. Пятна рассматривают в монохроматическом УФ-свете.

138. о-Фенилендиамин-трихлоруксусная кислота для α-кетокислот.

Раствор для опрыскивания: 50 мг о-фенилендиамина растворяют в 100 мл 10% водном растворе трихлоруксусной кислоты.

Проведение реакции: после опрыскивания хроматограмму нагревают не более 2 мин в сушильном шкафу при 100°С, после чего флуоресцирующие пятна рассматривают под аналитической кварцевой лампой.

139. Флуоресцеин натрия для ароматических и гетероциклических соединений.

Раствор для опрыскивания: 50 мг флуоресцеина натрия растворяют в 100 мл борного метанола.

Примечание. При равномерном опрыскивании можно обнаружить на хроматограмме различные соединения с помощью кварцевой лампы.

140. Флуоресцеин - бромная проба для ненасыщенных соединений.

Массу для нанесения готовят с 0,04% водным раствором флуоресцеина натрия вместо воды. После разделения продувают над высушенной пластинкой пары брома. В

результате образования эодина флуоресценция гасится всюду, за исключением пятен веществ, которые присоединяют бром за счет ненасыщенных связей.

141. Флуоресцеин натрия - родамин В - карбонат натрия для хлорированных углеводов, камфары, гетероциклических соединений и т. д.

Растворы для опрыскивания: 1) 0,5% раствор родамина В в этаноле. 2) 10% водный раствор карбоната натрия.

Проведение реакции: пластинки с флуоресцеином натрия (см. реактив 140) опрыскивают после разделения реактивом 1, сушат и интенсивно опрыскивают реактивом 2. Некоторые пятна лучше обнаруживаются в виде флуоресцирующих пятен в свете аналитической кварцевой лампы.

142. Формальдегид - соляная кислота для производных индола (реактив Прохазки).

Раствор для опрыскивания: готовят свежую смесь из 10 мл раствора формальдегида (36%), 10 мл чистой 25% соляной кислоты и 20 мл этанола.

Последующая обработка: нагревают 5 мин при 100 °С. Флуоресценцию в УФ-свете (365 нм желто-оранжево-зеленоватая) можно усилить действием паров царской водки. (Относительно приготовления царской водки см. реактив 40).

143. Фосфорная кислота для стероидов.

Раствор для опрыскивания: 1 объем о-фосфорной кислоты (1,7) разбавляют 1 объемом воды.

Проведение реакции: опрыскивают пластинку, пока она во влажном состоянии не станет прозрачной, затем нагревают 10-20 мин при 120° и флуоресцирующие пятна рассматривают под кварцевой лампой. Ненасыщенные стероиды и стерины можно получить в виде голубых пятен в видимом свете, если пластинки после опрыскивания фосфорной кислотой нагреть 10 мин и в еще горячем состоянии опрыскнуть реактивом 120 (свежеприготовленным). Последующее нагревание в течение 2- 5 мин увеличивает интенсивность окраски.

144. Фосфорномолибденовая кислота для восстановителей.

Растворы для опрыскивания: а) свежеприготовленный раствор 5 г фосфорномолибденовой кислоты в 100 мл этанола.

Последующая обработка: 5 мин нагревают при 80-90 °С, б) свежеприготовленный раствор 10 г фосфорномолибденовой кислоты в 100 мл этанола.

Последующая обработка: 5 мин нагревают при 80-90 °С в) Раствор для опрыскивания: свежеприготовленный раствор 10 г фосфорномолибденовой кислоты в 100 мл этанола. Последующая обработка: нагревают 5 мин при 120 °С.

Примечание. Обработка парами аммиака обесцвечивает фон.

145. Фосфорновольфрамовая кислота для липидов.

Раствор для опрыскивания: 20% раствор фосфорновольфрамовой кислоты в этаноле. Последующая обработка: нагревают 20 мин в сушильном шкафу при 70 °С.

146. Фосфорномолибденовая кислота для фенолов.

10 г вольфрамата натрия и 2,5 г молибдата натрия растворяют в 70 мл воды и добавляют последовательно 5 мл 85% фосфорной кислоты и 10 мл концентрированной соляной кислоты (1,19). Смесь кипятят с обратным холодильником в течение 10 часов. Затем добавляют 15 г сульфата лития 5 мл воды и 1 каплю брома и еще раз кипятят 15 мин, после охлаждения доводят до 100 мл в мерной колбе (исходный раствор). Раствор не должен иметь зеленой окраски.

Реактивы для опрыскивания: 1) 20% водный раствор карбоната натрия. 2) Перед употреблением смешивают 1 часть исходного раствора с 3 объемами воды.

Проведение реакции: опрыскивают раствором 1, немного сушат и опрыскивают раствором 2.

147. Хинидин, общий реактив для кислот.

Раствор для опрыскивания: 0,3% раствор хинидина в хлороформе.

Предварительная обработка: при обработке хроматограммы растворителем, содержащим летучие кислоты (нелетучие использовать нельзя), необходимо нагревать затем пластинку в токе воздуха до 60-80 °С.

Проведение реакции: после интенсивного опрыскивания хроматограмму нагревают в течение 10 мин при 110-120 °С в сушильном шкафу и рассматривают в монохроматическом ультрафиолетовом свете.

148. Хинидин - сульфат меди (реактив на барбитуровую и тиобарбитуровую кислоты).

Раствор для опрыскивания: 200 мг сульфата меди, 2 мл пиридина и 20 мг хинидина растворяют с 100 мл воды.

Последующая обработка: высушенную хроматограмму устанавливают в токе паров соляной кислоты (темное пятно в фильтрованном ультрафиолетовом свете).

149. п-Хинон для этаноламина.

Раствор для опрыскивания: 0,5 г п-хинона (бензохинона) растворяют в смеси 10 мл пиридина и 40 мл бутанола. После опрыскивания сразу же появляется красное пятно этаноламина. Холин с реактивом не реагирует.

150. Хлорамин Т для кофеина.

Растворы для опрыскивания: 1) 10% водный раствор хлорамина Т. 2) 1 н. соляная кислота.

Проведение реакции: пластинки опрыскивают раствором 1 и после непродолжительного высушивания опрыскивают раствором 2. Нагревают при 96-98 °С до исчезновения запаха хлора. Пластинку помещают во влажную камеру, насыщенную аммиаком (5 мин), и еще раз слегка нагревают до появления интенсивной розово-красной окраски.

151. Хлорамин - трихлоруксусная кислота для дигиталиеглюкозидов.

Раствор для опрыскивания: 10 мл свежеприготовленного 3% водного раствора хлорамина смешивают с 40 мл 25% раствора трихлоруксусной кислоты в 96% этаноле (трихлоруксусная кислота устойчива несколько дней).

Проведение реакции: после опрыскивания нагревают 7 мин при 110 °С в сушильном шкафу. В монохроматическом ультрафиолетовом свете выявляются голубоватые пятна; глюкозиды ряда А выявляются в виде желтых пятен.

152. Хлорная кислота для стероидов.

Раствор для опрыскивания: 2% водный раствор хлорной кислоты.

Последующая обработка: нагревают 10 мин при 150 °С.

Примечание. Получают однородное коричневое пятно, годное для количественного определения. Более чувствительным может быть обнаружение фосфорной кислотой (реактив 142) с последующим опрыскиванием фосфорномолибденовой кислотой (реактив 143).

153. Хлор-толидиновый реактив.

Хлорирование: пластинку выдерживают в атмосфере хлора, который подается из баллона в течение 5-10 мин, хлор образуется при сливании равных частей 1,5% раствора KMnO_4 и 10% соляной кислоты; обработку ведут 15-20 мин, а затем оставляют на 3-5 мин на воздухе для удаления избытка хлора.

Раствор для опрыскивания: 160 мг о-толидина растворяют в 30 мл ледяной уксусной кислоты, дистиллированной водой доводят до 500 мл и добавляют 1 г KI.

Проведение реакции: сначала осторожно опрыскивают раствором край хроматограммы; если фон становится голубым, то необходимо несколько повременить с окончательным опрыскиванием.

154. Хлорсульфоновая кислота - ледяная уксусная кислота для тритерпенов, стероидов и стероидов.

Раствор для опрыскивания: 5 мл хлорсульфоновой кислоты при осторожном охлаждении растворяют в 10 мл ледяной уксусной кислоты.

Последующая обработка: 5 мин нагревают при 130 °. Пластинку рассматривают в ультрафиолетовых лучах (365 нм).

155. Хромовая смесь для ариламинов и т.д.

Раствор для опрыскивания: 5 г бихромата калия растворяют в 100 мл 40% серной кислоты (различная окраска, в зависимости от амина).

156. Сульфат церия (IV) - серная кислота (на солнечном свете реактив изменяется) для алкалоидов, органических соединений, содержащих йод, и токоферолацетатов.

Раствор для опрыскивания: 0.1 г сульфата церия (IV) растворяют в 4 мл воды. После добавления 1 г трихлоруксусной кислоты нагревают до кипения и медленно по каплям добавляют серную кислоту (1,84) до полного растворения.

Последующая обработка: несколько минут нагревают при 110 °С до появления пятен. Реактив окрашивает алкалоиды, апоморфин, бруцин, колхицин, папаверин и физостигмин. Его также можно применять для обнаружения органических соединений, содержащих йод, токоферолацетатов.

157. Циклодекстрин для липидов с прямой цепью.

Раствор для опрыскивания: 1% раствор α -циклодекстрина в 30% этиловом спирте.

Последующая обработка: после опрыскивания пластинку помещают в сосуд с парами йода.

158. Цирконализариновый лак - соляная кислота для фтор-ионов.

Раствор для опрыскивания: 0.05 г цирконилхлорида ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$) и 0,05 г ализаринсульфоната натрия растворяют в 100 мл 2 н. соляной кислоты.

(merlin.com.ua; материал из монографии "Хроматография в тонких слоях" под ред. Э. Шталя. М., 1965, с. 476-492.)