Ионно-серебряная TLC с количественным определением методом газовой хроматографии

ссылка

Рективы

- водный раствор 10% нитрата серебра;
- смесь хлороформ-метанол (197:3, v/v);
- 100% диэтиловый эфир;
- раствор в 95% метаноле; 0,1% (w/v) 2',7'-дихлорфлуоресцеина.

Лабораторный протокол

- 1. Приготовить 10% водный раствор нитрата серебра (50 мл воды);
- 2. Замочить пластину в приготовленном растворе в течении 15 минут, исключив доступ света на время замачивания;
- 3. Высушить пластину в печи при 110°С;
- 4. Нанести полосу исследуемой смеси на пластину;
- Поместить пластину в хроматографичесую камеру со смесью смесь хлороформметанол (197:3, v/v);
 - Поместить пластину в хроматографичесую камеру со смесью смесь гексан-диэтиловый эфир (80:20, v/v);
- 6. Проявить пластину, опрыскав раствором 0,1% (w/v) 2',7'-дихлорфлуоресцеина в 95% метаноле:
- 7. Высушить пластину при комнатной температуре (20-24°C);
- 8. Соскаблить полосы с пластины в пробирки (дальнейшие действия применить к каждой из пробирок);
- 9. Добавить раствор внутреннего стандарта (маргариновая кислота в метаноле (1? мл));
- 10. Добавить гексан-диэтиловый эфир (1:1, v/v; 0,5 мл);
- 11. Добавить 20%-ный водный хлорид натрия (0.143 мл);
- 12. Содержимое тщательно перемешать встряхиванием и с помощью вихревой мешалки;
- 13. Центрифугировать для осаждения твердых частиц (3 мин при 2300 G);

- 14. Собрать верхний слой пипеткой;
- 15. Водный слой промыть еще дважды аналогичными объемами гексан-диэтилового-эфира (опционально);
- 16. Объединенные экстракты промыть 0,05 М трис-буфером (рН 7,0; 0.25 мл);
 - Объединенные экстракты промыть 0,05 М трис-буфером (рН 9,0; 0.25 мл);
- 17. Высушить в токе аргона.