

miłka wiosennego, 0,025 g dla nalewki naparstnicy wełnistej i 0,065 g dla nalewki konwaliowej. Płytki z naniesionymi wyciągami rozwijano w komorach chromatograficznych na wysokość 15 cm. Dla dokładnego wysycenia komór umieszczono na ścianach komory paski z bibuły i uszczelnione komory z układami pozostawiono na 1¹/₂ godz. przed umieszczeniem w nich płytek. Płytki z rozwiniętymi chromatogramami suszono na powietrzu, a następnie wywoływano przez spryskanie odczynnikiem Layday'a (20% roztwór trójchlorku antymonu w chloroformie) i ogrzanie w temp. 100°C przez 10 min. Płytki oglądano w świetle UV. Do chromatografii zastosowano 7 układów rozwijających:

Układ I — octan etylu, metanol, woda (80:5:5) (4)

Układ II — chloroform, formamid (300:1) (5)

Układ III — chloroform, alkohol izoamyłowy, woda (1:1:1) (6)

Układ IV — chloroform, dioksan, n-butanol, formamid
(70:20:5:5) (7)

Układ V — butanol, toluen, woda (1:1:2) (8)

Układ VI — metyloetyloketon, ksylen (1:3) wysycony formamidem (9)

Układ VII — octan etylu, chloroform, alkohol metyłowy, 0,9% NaCl
(10:5:3,5:1,5) (10).

Otrzymane wyniki zebrano w tabelach 1—4.

Tab. 1 przedstawia liczbę plam uzyskanych w poszczególnych układach przy rozdziale chromatograficznym wszystkich nalewek. Najlepszy rozdział uzyskano w układach I i VII. W układzie I — octan etylu, metanol, woda (80:5:5) otrzymano dla nalewki z naparstnicy 7 plam, z konwalii 8 plam, z miłka wiosennego 10 plam. W układzie VII — octan etylu, chloroform, metanol, 0,9% NaCl (10:5:3,5:1,5) otrzymano dla nalewki z naparstnicy 11 plam, z konwalii 11 plam, z miłka wiosennego 7 plam. Czas rozwijania chromatogramów w obu tych układach wynosił 30 min. Mniej plam dają układy III i IV. W układzie III — chloroform, alkohol izoamyłowy, woda (1:1:1) dla nalewki z naparstnicy wełnistej otrzymano 5 plam, z konwalii 4 plamy, z miłka wiosennego 7 plam. Czas rozwijania wynosił 90 min. W układzie IV — chloroform, dioksan, n-butanol, formamid (70:20:5:5) dla nalewki z naparstnicy wełnistej 5 plam, z konwalii 8 plam, z miłka wiosennego 7; czas rozwijania 50 min. Układ VI — metyloetyloketon, ksylen (1:3) wysycony formamidem rozdzielał jedynie nalewkę z miłka wiosennego dając 4 plamy. W układzie II — chloroform, formamid (300:1) i V — butanol, toluen, woda (1:1:2) nie uzyskano rozdziałów dla żadnej nalewki.

Tab. 2—4 przedstawiają rozdziały chromatograficzne w układach I, III, IV i VII wszystkich nalewek, a w układzie VI nalewki z miłka wiosennego. W tabelach podano ilość plam, intensywność zabarwienia oraz otrzymano wartości R_f .

Tab. 1. Rozdziłały chromatograficzne nalewek w 7 układach rozwijających
 Chromatographic separations of tinctures in seven developing systems

Układ		I	II	III	IV	V	VI	VII
Nalewka z naparstnicy wełnistej	Ilość plam	octan etylu metanol woda 80:5:5	chloroform formamid 300:1	chloroform alk. izoamyl woda 1:1:1	chloroform dioksan n-butanol 70:20:5 wysyc. formamidem	butanol toluen woda 1:1:2	metyloetylo keton ksylen 1:3 wysyc. formamidem	octan etylu chloroform alk. metylowy 0,9% NaCl 10:5:3,5:1,5
	Czas rozwijania	7	nie rozdziela	5	5	nie rozdziela	nie rozdziela	11
Nalewka z konwalii	Ilość plam	30 min.	—	90 min.	50 min.	—	—	30 min
	Czas rozwijania	8	nie rozdziela	4	8	nie rozdziela	nie rozdziela	11
Nalewka z miłką wiosennego	Ilość plam	30 min.	—	90 min.	50 min.	—	—	30 min.
	Czas rozwijania	10	nie rozdziela	7	7	nie rozdziela	4	7
	Czas rozwijania	30 min.	—	90 min.	50 min.	—	30 min.	30 min.

Tab. 2. Rodział chromatograficzny nalewki z naparstnicy welnistej
Chromatographic separation of tincture from *Digitalis lanata*

Układ I octan etylu, metanol, woda (80:5:5)			Układ III chloroform, alkohol izoamyl., woda (1:1:1)			Układ IV chloroform, dioksan, n-buta- nol, formamid (70:20:5:5)			Układ VII octan etylu, chloroform, me- tanol, 0,9% NaCl (10:5:3:5:1,5)		
Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f	Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f	Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f	Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f
1	++	0,22	1	+++	0,8	1	+++		1	+++	
2	+++	0,29	2	++++	0,18	2	+++		2	++	
3	++	0,34	3	+++	0,25	3	++++		3	+++	
4	+++	0,45	4	+++	0,45	4	++		4	+++	
5	+++	0,53	5	+++	0,53	5	++		5	++++	
6	++++	0,60							6	+++	
7	++++	0,64							7	++++	
									8	+++	
									9	++++	
									10	++	
									11	++++	

Intensywność plam: ++++ — bardzo intensywne, +++ — intensywne, ++ — słabo zaznaczone i + — śladowe.

Tab. 3. Rozdział chromatograficzny nalewki z konwalii
Chromatographic separation of tincture from *Convallaria majalis*

Układ I octan etylu, metanol, woda (80:5:5)			Układ III chloroform, alkohol izo- amylowy, woda (1:1:1)			Układ IV chloroform, dioksan, n-buta- nol, formamid (70:20:5:5)			Układ VII octan etylu, chloroform meta- nol, 0,9% NaCl (10:5:3,5:1,5)		
Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f	Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f	Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f	Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f
1	++	Nie uzyskano powtarzalnych wartości R _f	1	++	0,11	1	++	Nie uzyskano powtarzalnych wartości R _f	1	++	0,08
2	++		2	++	0,22	2	++		3	++	0,19
3	+++		3	++	0,59	3	++		3	++	0,22
4	+++		4	++	0,78	4	++		4	++	0,27
5	+++					5	++		5	++	0,32
6	+++					6	++		6	++	0,41
7	++					7	++		7	++	0,45
8	++++					8	++		8	++	0,54
									9	++	0,62
									10	++	0,70
									11	++	0,76

Intensywność plam: ++++ — bardzo intensywne, +++ — intensywne, ++ — słabo zaznaczone i + — śladowe.

Tab. 4. Rozdział chromatograficzny nalewki z milka wiosennego
Chromatographic separation of tincture from *Adonis vernalis*

Układ I octan etylu, metanol, woda (80:5:5)			Układ III chloroform, alkohol izoamylowy, woda (1:1:1)			Układ IV chloroform, dioksan, n-butanol, formamid (70:20:5:5)			Układ VI metyloetyloketon, ksylen (1:3) wysycony formamidem			Układ VII octan etylu, chloroform metanol, 0,9% NaCl (10:5:3,5:1,5)		
Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f	Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f	Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f	Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f	Nr plamy	Intensy- wność plam	R _f
1	++++	0,17	1	++	0,09	1	+++	0,08	1	++	0,03	1	++	0,19
2	++	0,28	2	++++	0,13	2	++	0,12	2	++	0,06	2	+++	0,41
3	++++	0,34	3	+++	0,26	3	++	0,16	3	++	0,11	3	++++	0,50
4	++	0,39	4	++	0,42	4	++	0,24	4	++	0,17	4	+++	0,60
5	++	0,41	5	++	0,66	5	+++	0,28	5	+	—	5	+++	0,63
6	++	0,45	6	++	0,75	6	+++	0,39	6			6	++	0,70
7	++	0,50	7	++	0,87	7	+++	0,65	7			7	++	0,74
8	+	0,57												
9	+	0,63												
10	+	0,70												

Intensywność plam: +++++ — bardzo intensywne, ++++ — intensywne, +++ — intensywnie, ++ — słabo zaznaczone i + — śladowe.

WNIOSKI

1. Stwierdzono, że układy I — octan etylu, metanol, woda (80:5:5); III — chloroform, alkohol izoamylowy, woda (1:1:1); IV — chloroform, dioksan, n-butanol, formamid (70:20:5:5) i VII — octan etylu, chloroform, alkohol metylowy, 0,9% NaCl (10:5:3,5:1,5) mogą być stosowane do chromatografii nalewek z surowców glikozydowych: naparstnicy wełnistej, konwalii i miłka wiosennego.

2. Układy II — chloroform, formamid (300:1) i V — butanol, toluen, woda (1:1:2) nie rozdzieliły glikozydów nasercowych we wszystkich nalewkach. Układ VI — metyloetyloketon, ksylen (1:3) wysycony formamidem rozdzielał jedynie ciała czynne w nalewce z miłka wiosennego dając 4 plamy.

3. Dla nalewki z naparstnicy wełnistej najlepiej nadają się układy VII — 11 plam i I — 7 plam.

4. Najlepsze rozdziały chromatograficzne dla nalewki z konwalii otrzymano w układzie VII — 11 plam oraz I i IV po 8 plam.

5. Dla nalewki z miłka wiosennego najodpowiedniejsze są układy I — 10 plam oraz III, IV i VII po 7 plam.

PIŚMIENNICTWO

1. Baerheim-Svedsen A. B., Jensen K. B.: *Pharm. Acta Helv.* **25**, 241, 1950.
2. Stahl E.: *Chromatography* **5**, 458, 1961.
3. Steinegger E., Walt J. H.: *Pharm. Acta Helv.* **11**, 599, 1961.
4. Borkowski B.: Ocena wartości roślinnych surowców leczniczych. Nakład Akademii Medycznej, Poznań 1959, 18.
5. Kowalewski Z.: *Biul. Inst. Rośl. Leczn.* **7**, 228, 1961.
6. Läufer R.: *Pharmazie* **12**, 772, 1957.
7. Pitra J., Colarowa H., Cekan Z.: *Chemicke Listy* **52**, 745, 1958.
8. Reichstein T.: *Helv. Chim. Acta* **37**, 680, 1954.
9. Kaiser F.: *Chem. Berichte* **88**, 556, 1955.
10. Elbanowska A.: *Biul. Inst. Rośl. Leczn.* **9**, 106, 1933.

Otrzymano 20 XI 1968.

РЕЗЮМЕ

Исследовано семь развивающих систем разделения настоек с наперстянки шерстистой, ландыша и горицвета весеннего методом тонкослойной хроматографии. Применяя системы: I — этилацетат, метанол, вода (80:5:5); III — хлороформ, изоамиловый спирт, вода (1:1:1); IV — хлороформ, диоксан, н-бутанол, формамид (70:20:5:5); VII — этилацетат, хлороформ, метиловый спирт, 0,9%NaCl (10:5:3,5:1,5) можно получить хорошие разделения.

SUMMARY

Seven developing systems for separation of tinctures from *Digitalis lanata*, *Convallaria majalis* and *Adonis vernalis* by thin-layer chromatography were examined. Satisfactory separation was obtained by using the following systems: I — ethyl acetate, methanol, water (80:5:5), III — chloroform, isoamyl alcohol, water (1:1:1), IV — chloroform, dioxane, butyl alcohol normal, formamide (70:20:5:5), VII — ethyl acetate, chloroform, methanol, 0.9% NaCl (10:5:3, 5:1:5).