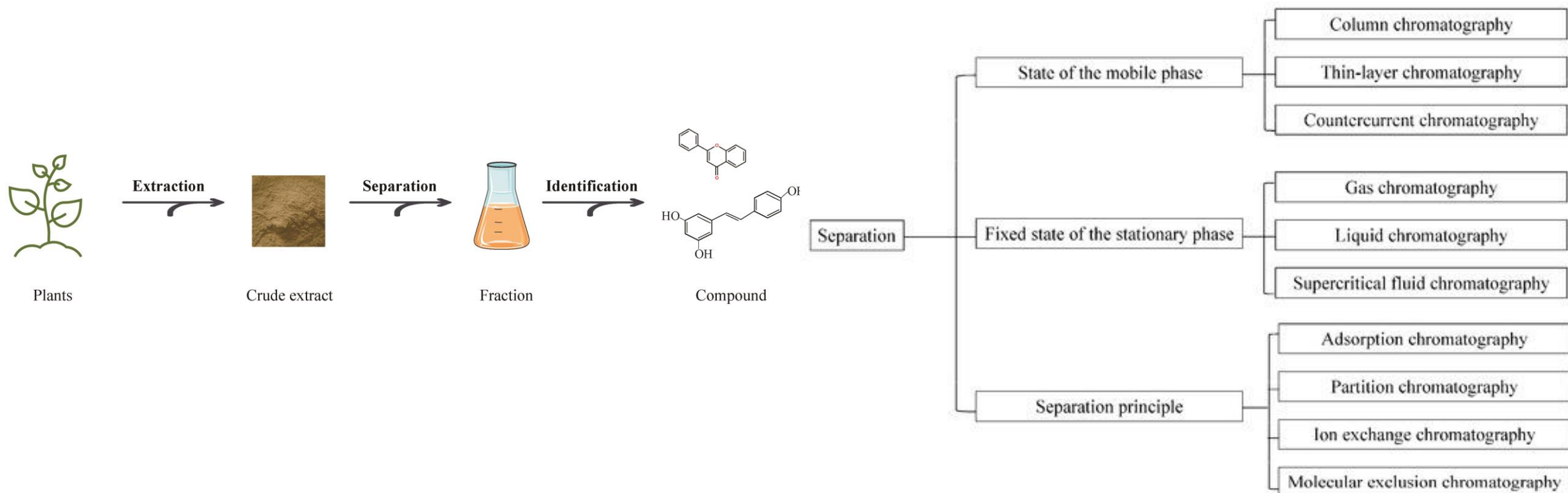




5-дәріс
Табиғи қосылыстардың әртүрлі
топтарының сараптамасындағы
хроматографиялық әдістер. Кең
таралған әдістер.

Дәріскер: Ph.D., доцент Сейтимова Гульназ Абсаттарқызы

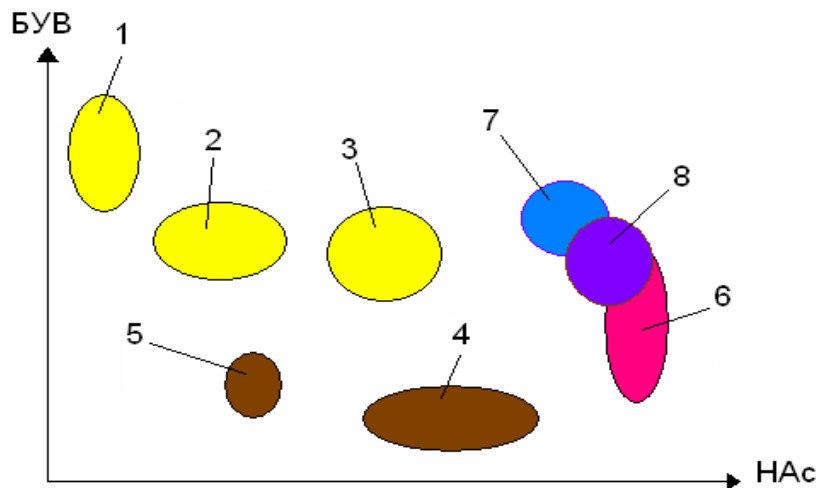
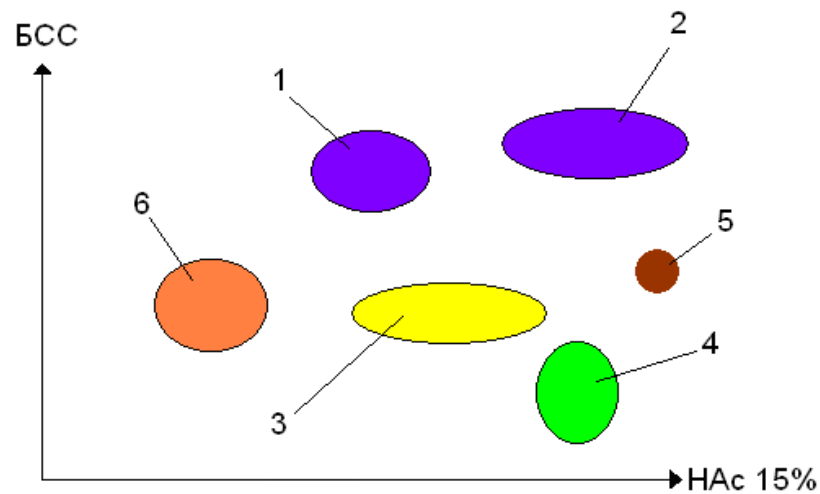
Табиғи қосылыстар (алкалоидтар, флавоноидтар, фенолдық қышқылдар, сапониндер, терпендер, кумариндер, полисахаридтер және т.б.) құрамының күрделілігіне байланысты оларды бөлуде, тазалауда және идентификациялауда **хроматографиялық әдістер** ең тиімді аналитикалық тәсілдердің бірі болып табылады. Хроматография қосылыстарды полярлығы, молекулалық массасы, қышқыл-негіздік қасиеттері, адсорбция және таралу қабілеттері бойынша бөлуге мүмкіндік береді.



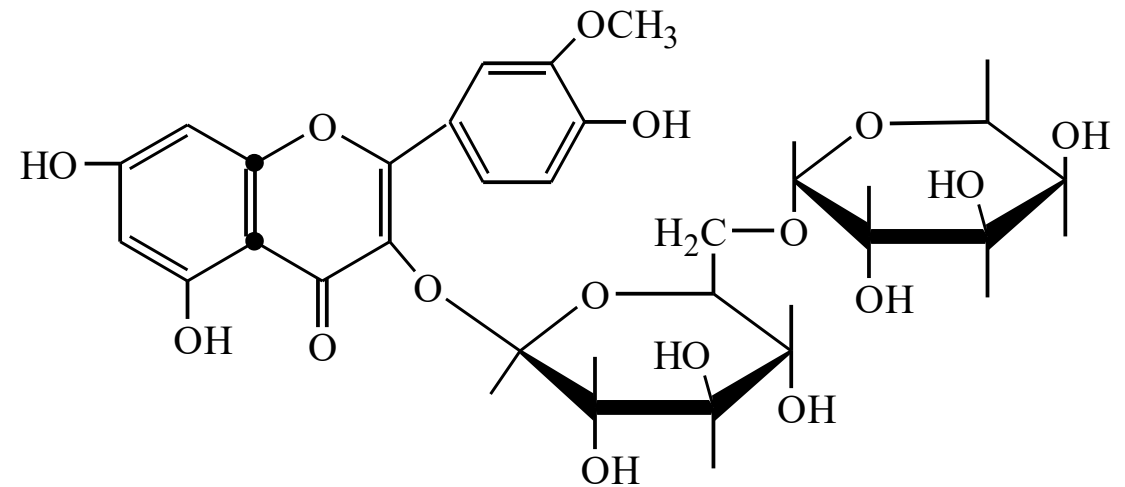
1. Хроматографиялық әдістер

а) Екі жүйелі қағазды хроматография

УК-жарықтағы көрініс



Сапалық реакциялар, бұл жерде агликондарға тән реакциялар ғана жүреді, ал бұл заттың гликозидті қосылыс екенін қағазды хроматографияда жату орнына байланысты білуге болады.



Изорамнетиннің 3-O-β- D-глюкопиранозил (6→1)-
α-L-арабопиранозиді

Жұқа қабатты хроматография

Ультракүлгін сәуленің астында флуоресценция флавоноидты қосылыстардың әртүрлі топтарын келесідей ажырату үшін қолданылады:

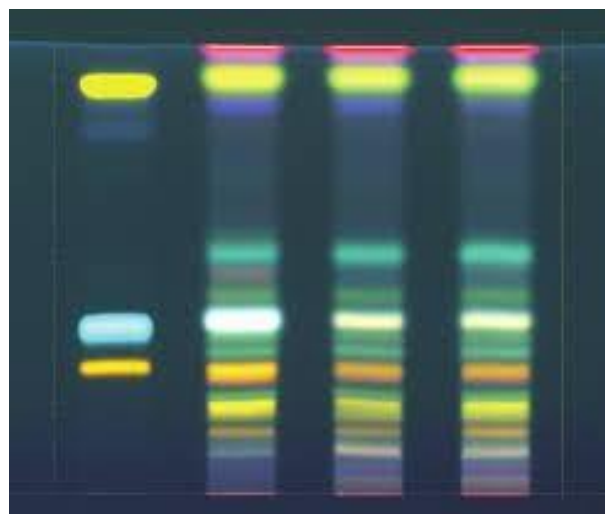
$AlCl_3$ сары түс береді (флавондар, флавонолдар, халкондар, аурондар).

Ультракүлгін сәуленің астында бұл қосылыстар әртүрлі түстердің флуоресценциясын көрсетеді, мысалы, Флавондар – жасыл;

Флавонолдар – сарғыштан сарыға дейін жасыл;

Халкондар – қоңыр-қызғылт;

Аурондар – бозғылт-қоңыр.

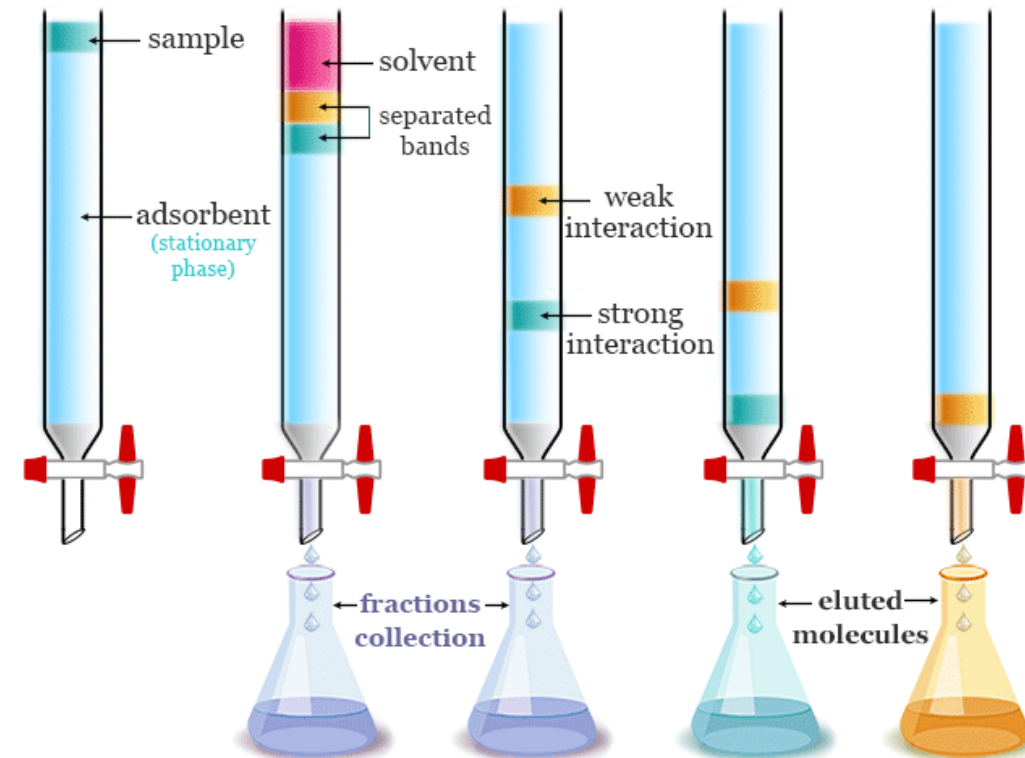


1 – рутин, 2 – хлороген қышқылы, 3 – кверцетин гинкго жапырақтарының үлгілері мен тұнбаларында



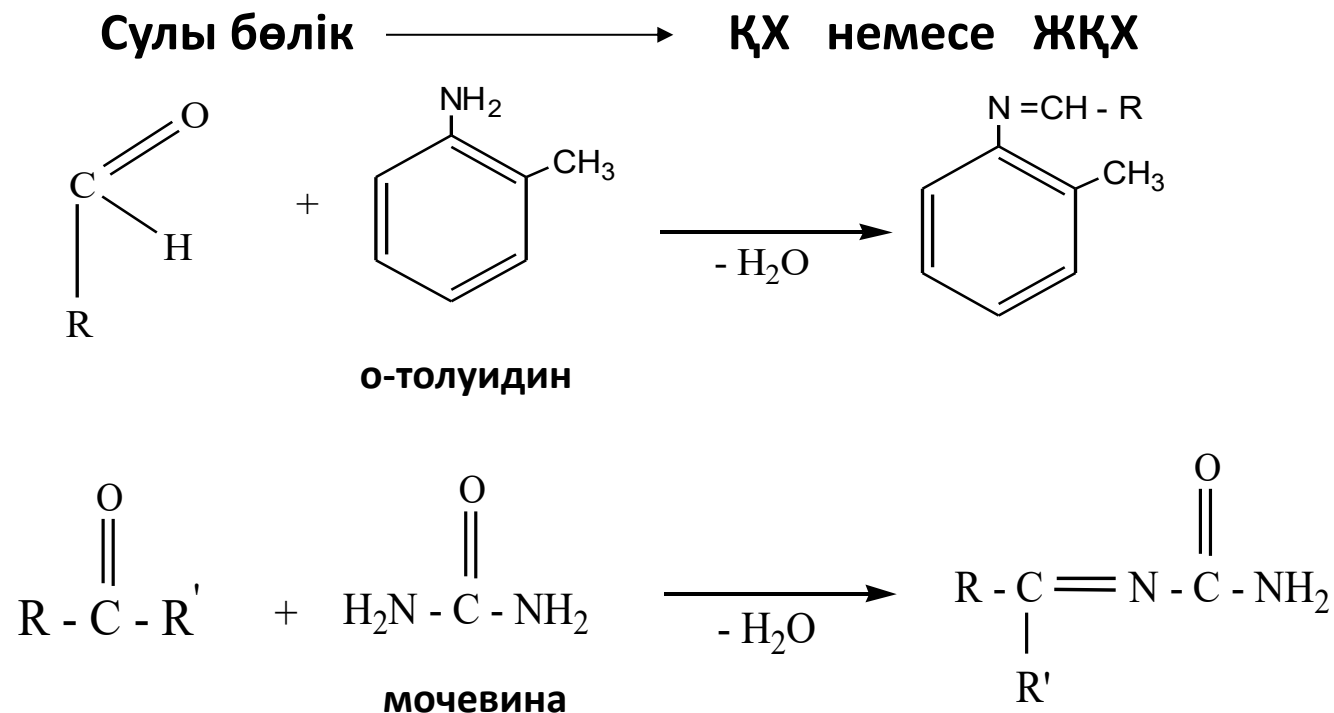
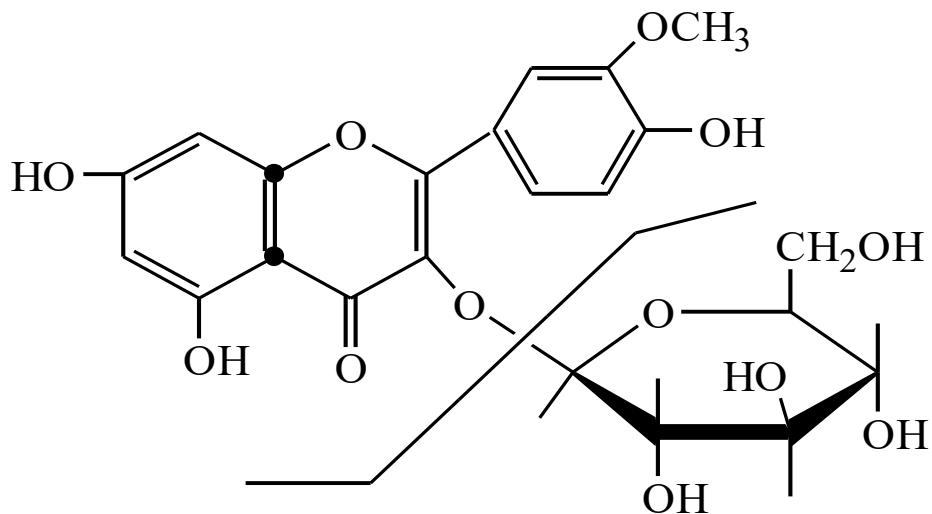
ә) колонкалы хроматография

Енді колонкалы хроматография арқылы әртүрлі адсорбенттерді (мысалы: полиамид, сефадекс, силикагель) және элюенттерді пайдаланып гликозидтерді, яғни ББЗ бөлеміз. Бөлінген, яғни жинап алған фракциялардың құрамын ҚХ немесе ЖҚХ-ның көмегімен анықтаймыз. Егер таза зат бөлінсе оның құрамын және құрылысын әрі қарай зерттейміз. Ол үшін химиялық әдістер қолданылады.

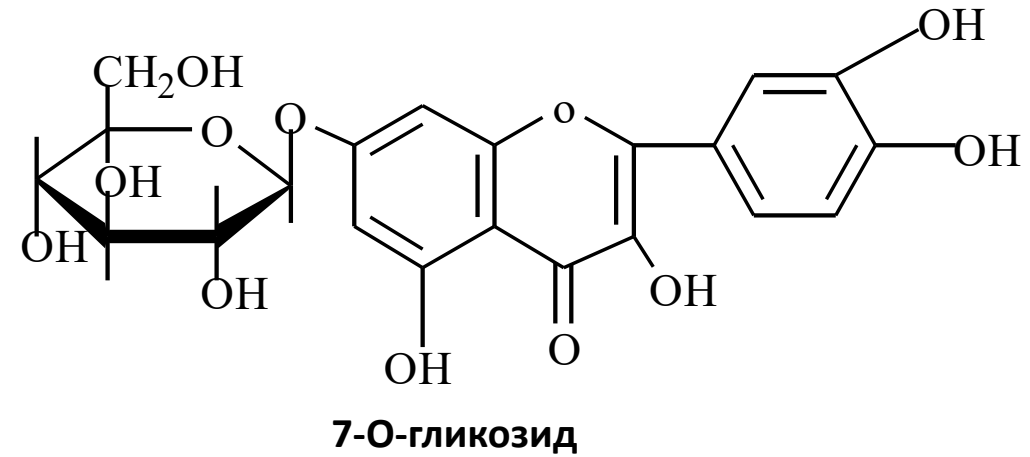
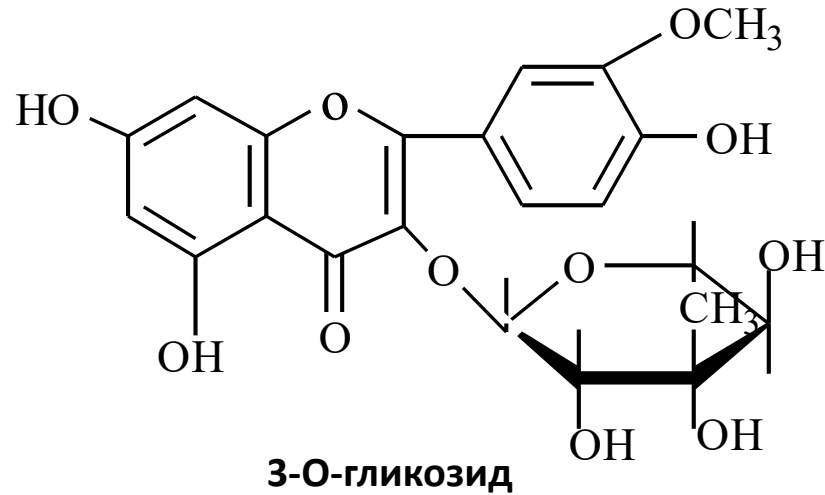


2. Химиялық әдістер

а) Қышқылдық гидролиз (10 мг затты 5 мл 2% HCL сулы немесе спирттегі ерітіндісінде ерітіп, колбаны кері тоңазытқышқа жалғап, 2 сағат бойы сулы баняда қыздырады. Одан кейін ерітіндіні суытып, реакциялық қосыпаны нейтралды ортаға дейін сумен келтіреміз. Агликонды этилацетатпен экстракциялап бөліп алады, ал сулы бөлікте қанттар қалады. Қандай қанттардың бар екенін анықтау үшін сулы бөлікті бір жүйелі қағазды хроматографияға “БСС еріткіштер жүйесіне” қойып, одан кейін хроматограмманы о-толуидин және мочеина айқындағыштарымен өңдейді).



ә) Сатылы қышқылдық гидролиз (10 мг затты 5 мл 0,1% HCL сулы немесе спиртті ерітіндісінде ерітіп, колбаны кері тоңазытқышқа жалғап, сулы баныда 3-4 сағат қыздырады. Әрбір 5 минут сайын сынама (проба) алып, бір жүйелі ҚХ-ға тамызады. Реакция аяқталғаннан кейін ҚХ-ны белгілі етірінділер жүйесіне қойып, о-толуидинмен өңдейді. Бұл гидролиз кезінде рамнозидтер мен арабинозидтер тез гидролизге ұшырайды. Және де гидролиз нәтижесі кездінде қанттың яғни көмірсудың агликонға қай гидроксил тобына жалғанғанын уақыт арқылы біле аламыз. 3-О-гликозидтер 7-О-гликозидтерге қарағанда) тез гидролизденеді.



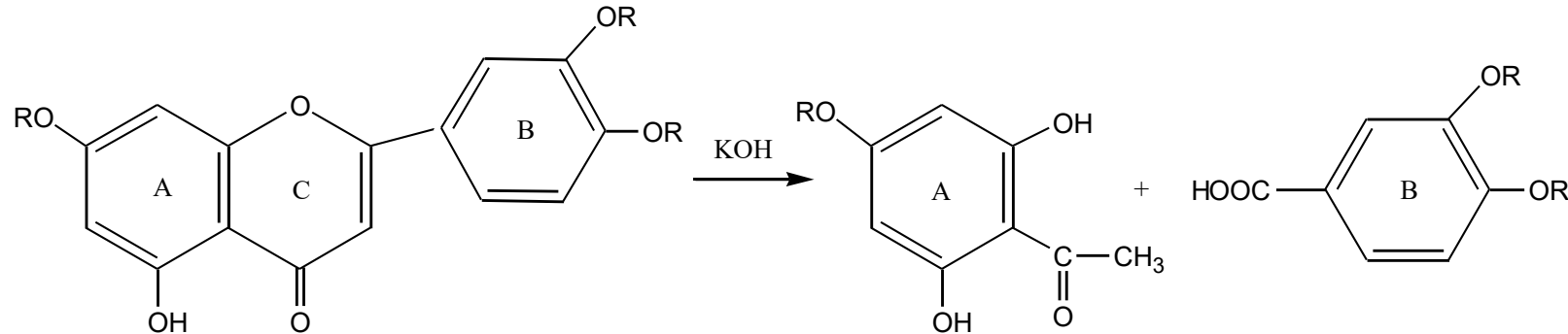
Ал флавоноидтардың С-гликозидтері қатаң жағдайда ғана гидролизденеді : ол үшін Килиан гидролизі қолданылады. Бұл әдістің айырмашылығы затқа (концентрлі тұз қышқылы мен сірке қышқылының қоспасын пайдаланады. Нәтижесінде фураноза түріндегі қанттар пиранозаларға қарағанда тез гидролизденеді.)

б) Ферментативті гидролиз

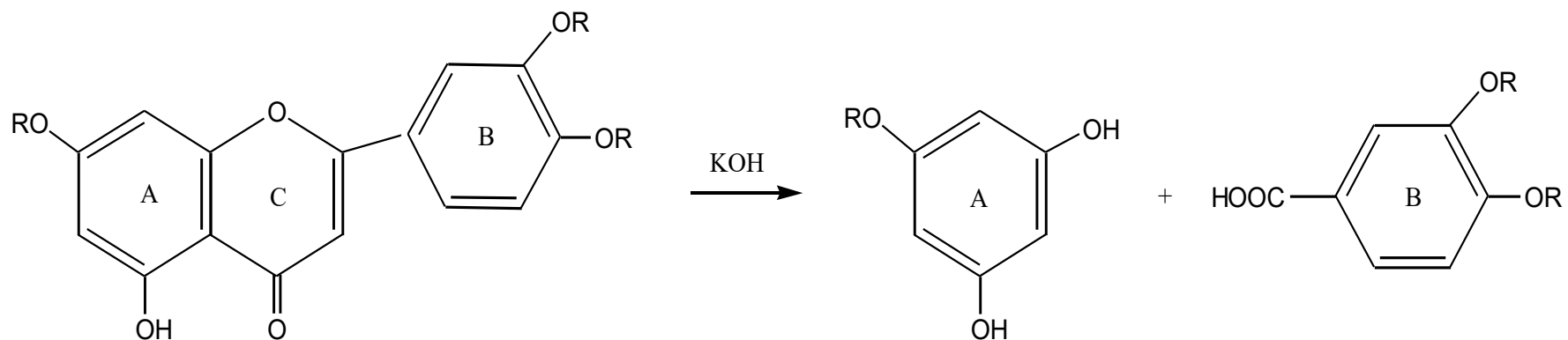
Бұл гидролиз спецификалық ферменттерді қолдану арқылы мысалы: β -эмульсин, α -амилаза, рамнодиастазамен жүргізіледі. Нәтижесінде қанттардың конфигурациясын және гликозидтің құрамында бірнеше қант болса сол қанттардың арасындағы байланысты береді.

в) Сілтілік ыдырату

Бұл гидролиз кезінде 5% KOH ерітіндісі қолданылады, реакция 30-60 минут бойы жүргізіледі. Реакция нәтижесінде флавоноидты қосылыстың құрылысында көрініп тұрғандай γ -пирон сақинасы ашылады.



Жұмсақ жағдайда ацетофенон және фенол қышқылына ыдырайды.

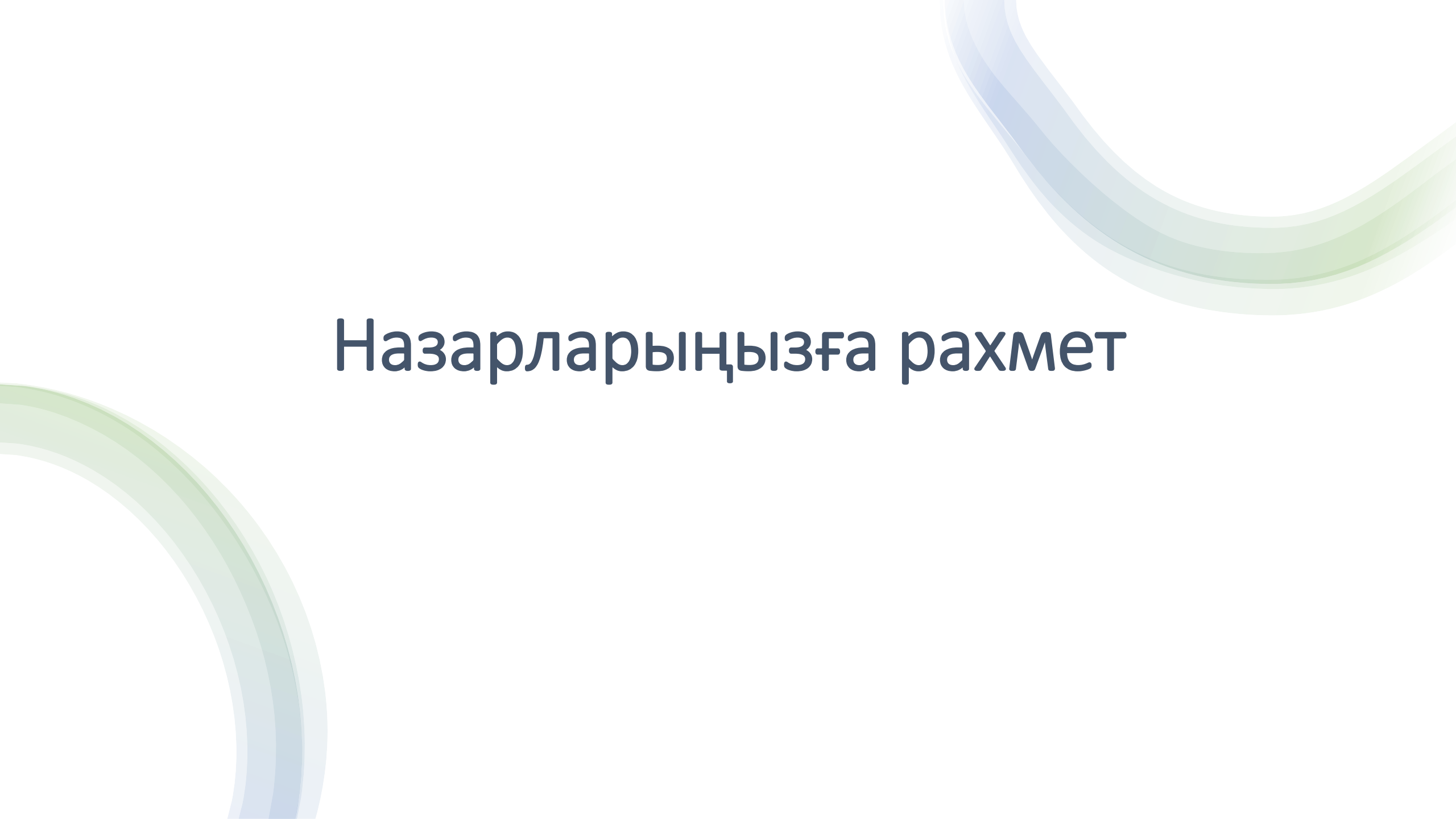


Қатаң жағдайда фенолға және фенол қышқылына ыдырайды.

г) алкилдеу және ацилдеу. Алкилдеу үшін мына реагенттер қолданылады: диазометанның эфирлі ерітіндісі, иодты метил күміс оксидінің қатысында; ал ацилдеу үшін сірке ангидридті күкірт қышқылының қатысында жүреді. Гидролиз нәтижесінде біз агликонның құрамында қанша гидроксил тобы бар екенін анықтаймыз.



Схема научно-обоснованного подхода к выделению природных веществ растений разных классов и групп

The background features two large, decorative, curved lines. One line, in shades of blue and green, curves from the top right towards the center. Another line, in shades of green and blue, curves from the bottom left towards the center. The text is centered between these two curves.

Назарларыңызға рахмет