

Жазықтық хроматография

Мұсабаева Б.Х.

Дәріс жоспары

- Жазықтық хроматография негізі
- Жұқа қабаттық хроматография
- Қағаздық хроматография
- Сапалық және сандық анализ

Жазықтық хроматография

Жазықтық хроматографияда қозғалмалы фаза сорбенттің жазық қабаты бойынша жылжиды. 2 әдісі бар:

- ▶ жұқа қабаттық хроматография (ЖҚХ)
- ▶ қағаздық хроматография (ҚХ).

Бөлу сипаттамасы

Жазықтық хроматографияда заттың адсорбциялық қасиетін R_f қозғалғыштық шамасымен бағалайды. Ол мына формуламен есептеледі:

$$R_f = x/x_f$$

Мұндағы x — компонент зонасының ығысуы;

x_f - еріткіш фронтының ығысуы.

Жұқа қабаттық хроматография

әдісі сұйықтық-адсорбциялық хроматографияның бір түрі. Әдісте сорбенттің (СФ) жұқа қабаты шыныдан, пластмассадан немесе металдан жасалған пластина бетіне жағылады. Пластина шетінен 2-3 см қалдырып, старттық сызық сызады, сол сызыққа сұйық сынаманы енгізіп, пластина шетін еріткішке (ҚФ) батырып қояды. Сонда капиллярлық күштер әсерінен еріткіш компоненттерді әр түрлі жылдамдықпен тасымалдайды. Әрбір компонент зонасы дақ түрінде пайда болады.

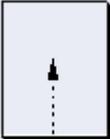
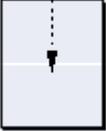
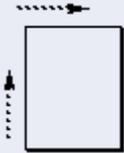
Жұқа қабаттық хроматография

Жұқа қабат бекітілген және бекітілмеген болуы мүмкін.

► *Бекітілген жұқа қабатты* алу үшін стационар фазаға байланыстырғыш зат (крахмал, желатин, агар-агар) қосып, пластинкаға паста түрінде жағады немесе жоғары температурада күйдіріп жағады. Мұндай қабатты горизонталь да, вертикаль да пайдалануға болады.

► *Бекітілмеген жұқа қабатты* алу үшін стационар фаза ұнтағын жұқалап пластинкаға жағады, мұндай қабатты тек горизонталь түрде пайдаланады.

Жазықтық хроматограммаларды алу

Хроматограмма	Тәсіл негізі
өрлеуші хроматограмма 	Сынаманы старттық сызыққа енгізіп, қағаз жолағын немесе пластинканы камера түбіндегі еріткішке салады, сонда еріткіш капиллярлық күштер көмегімен жоғары қозғалып, компоненттерді әр түрлі жылдамдықпен тасымалдайды.
төмен түскіш хроматограмма 	Сынаманы старттық сызыққа енгізіп, қағаз жолағын немесе пластинканы камераға салып, еріткішті жоғары бөлігінен енгізеді (старттық сызық та жоғары жағында), сонда еріткіш жоғарыдан төмен қозғалады.
радиалды хроматограмма 	Қоспа сынамасын қағаздың немесе пластинканың дәл ортасына енгізеді, сосын сол нүктеге еріткіш енгізеді, сонда компоненттер әр жылдамдықпен қозғалып, бірнеше концентрлі шеңбер түзеді.
екі өлшемді хроматограмма 	Хроматограмманы алғаннан кейін перпендикуляр бағытта қайталап бөлу жүргізеді, алайда құрамы басқа қозғалмалы фаза пайдаланады.

ЖҚХ орындау техникасы



ЖҚХ-да сапалық анализ

- 1) Егер компонент өзі түсті болса, немесе реагентпен түсті қосылыс түзсе, оны идентификациялау оңай. Алайда мұндай заттар аз.
- 2) Көбінесе сапалық анализді R_f қозғалғыштық бойынша жүргізеді. Стандартты жағдайда бөлу жүргізіп, анықталған R_f шамасын кестелік шамамен салыстырады.
- 3) Куәгер зат пайдалануға болады. Сынамада бар деп күтілетін зат енгізеді, егер R_f шамасы сәйкес келсе, ол зат бар екенін көрсетеді.

ЖҚХ-да сандық анализ

Сандық анализді:

1. Пластина бетінде

2. Немесе пластина бетінен бөліп алып жүргізуге болады

1а) Пластина бетінде дақ ауданын миллиметровкалық калька немесе планиметр көмегімен өлшеп, калибровкалық графиктен зат мөлшерін табады.

1б) Егер пластина мөлдір болса, затты пластина бетінде фотометриялайды. Яғни дақ ортасының оптикалық тығыздығын өлшеп, *калибровкалық графиктен* зат мөлшерін табады.

2) Затты, яғни дақты пластина бетінен алып, анализдейді. Затты пластина бетінен 2 әдіспен бөліп алуға болады:

А) механикалық әдіспен қырып алуға

Б) еріткішпен шайып алуға

Қағаздық хроматография

Қағаздық хроматография сұйықтық-сұйықтық хроматографияға жатады. Сұйық стационар фазаны арнайы хроматографиялық қағазға сіңіреді. Хроматографиялық қағаздар өнеркәсіпте тығыздығы бойынша №1, №2, №3, №4 болып өндіріледі.

Хроматографиялық қағазға қойылатын талаптар:

1. Химиялық таза болуы керек.
2. Химиялық инертті және нейтрал болуы керек.
3. Тығыздығы біркелкі болуы керек.

Қағаздық хроматография

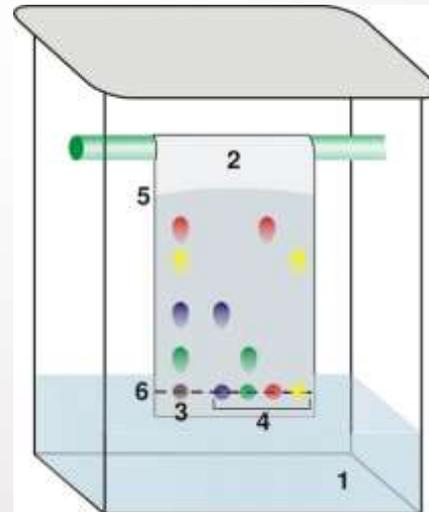
Қағаз жолағының шетінен 2-3 см қалдырып, *старттық сызық* сызады, сол сызыққа сұйық сынаманы капиллярмен енгізіп, қағаз шетін еріткішке (ҚФ) батырып қояды. Сонда капиллярлық күштер әсерінен еріткіш компоненттерді әр түрлі жылдамдықпен тасымалдайды.

Әрбір компонент зонасы дақ түрінде пайда болады.

Дақ түсі бойынша бойынша сапалық анализ, ал дақ ауданы бойынша сандық анализ жүргізеді.

Дақтың ауданын планиметр аспабымен өлшейді.

Сандық анализ жүргізу үшін стандартты ерітінділерді қоса хроматографиялау қажет.



Хроматограмманы айқындау

Дақтар (зоналар) түрлі-түсті болуы мүмкін, егер дақтар түссіз болса, оларды айқындау қажет болады.

Хроматограмманы айқындау жолдары:

1. Хроматограмманы арнайы реагентпен өңдейді, сонда компоненттер түсті қосылыстар түзуі керек.
2. Хроматограмманы арнайы йодтық камераға салады, сонда дақтар қоңыр түске боялады.
3. Адсорбенттің құрамына алдын ала люминофор енгізеді. Бөлуден кейін хроматограмманы арнайы жарықпен сәулелендіреді, көбінесе 254 нм УК-жарықпен. Жарық флуоресценцияланып, дақтар айқындалады.

Қағаздық хроматография кемшілігі

- Бөлу процесі қағаздың құрамы мен қасиетіне байланысты;
- Қағаздың кеуектеріндегі су мөлшері сақтау жағдайларына байланысты өзгереді;
- Хроматографиялау жылдамдығы өте төмен (хроматограмманы алу бірнеше тәулікке шейін жетеді);
- Нәтижелердің қайталанғыштығы төмен



Назарларыңызға
рахмет!