

# АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

## 1. Плоскостная хроматография

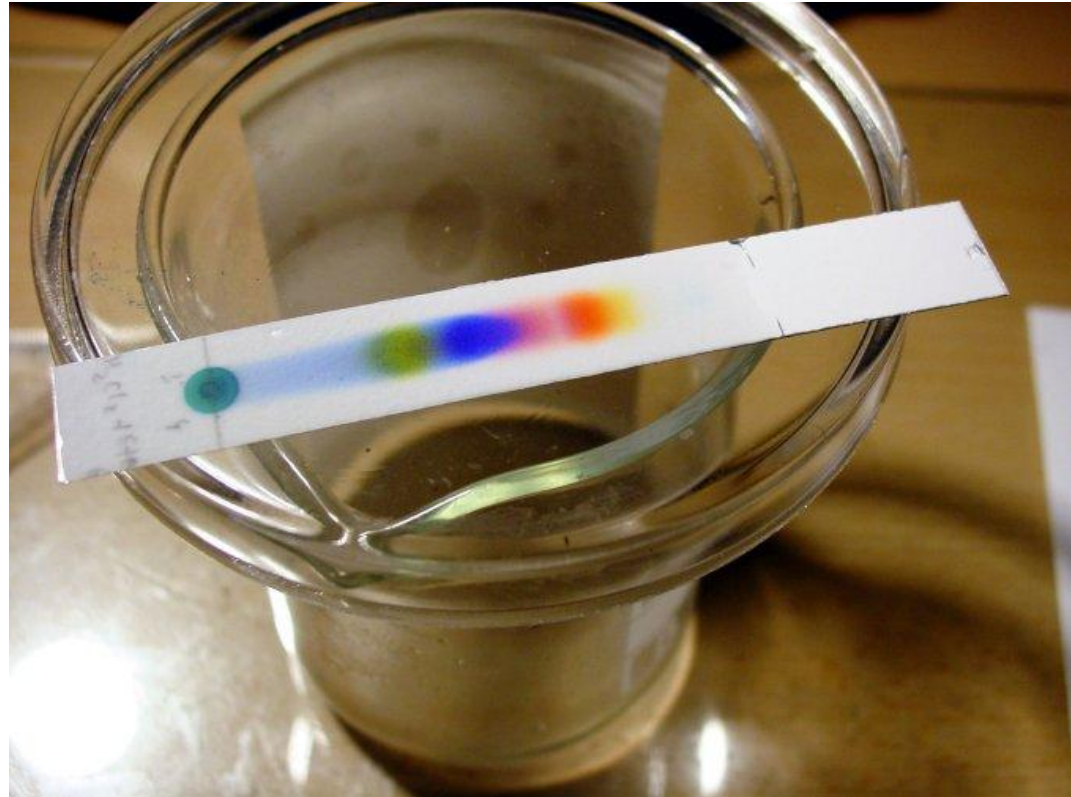
### 1.1. Тонкослойная хроматография



# ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

## Достоинства метода ТСХ:

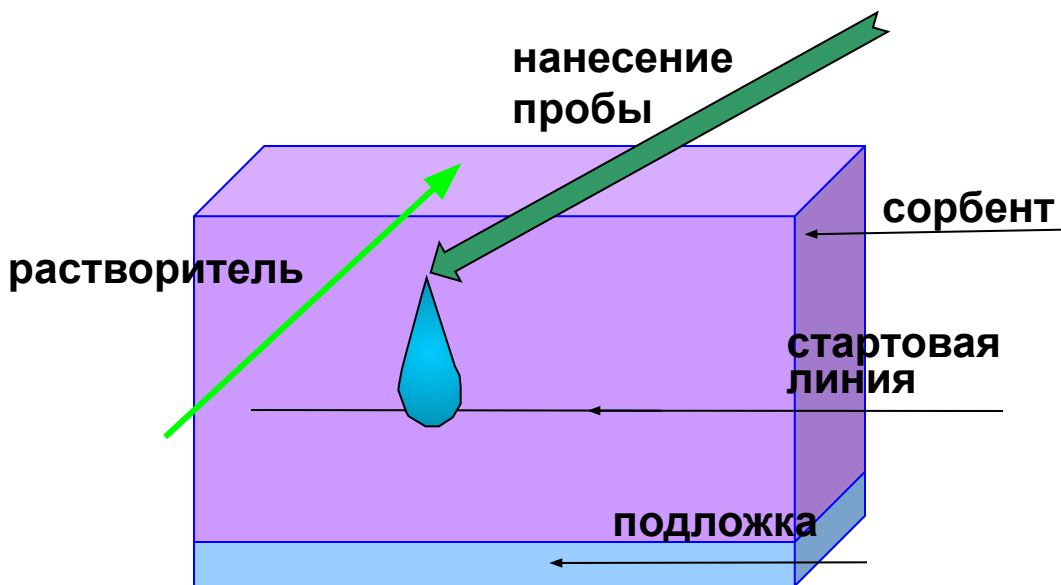
- прост по технике выполнения
- позволяет анализировать микрообъекты
- экспрессен
- не требует дорогостоящего оборудования



# ТСХ – жидкостно-адсорбционная

## Подложка + Сорбент

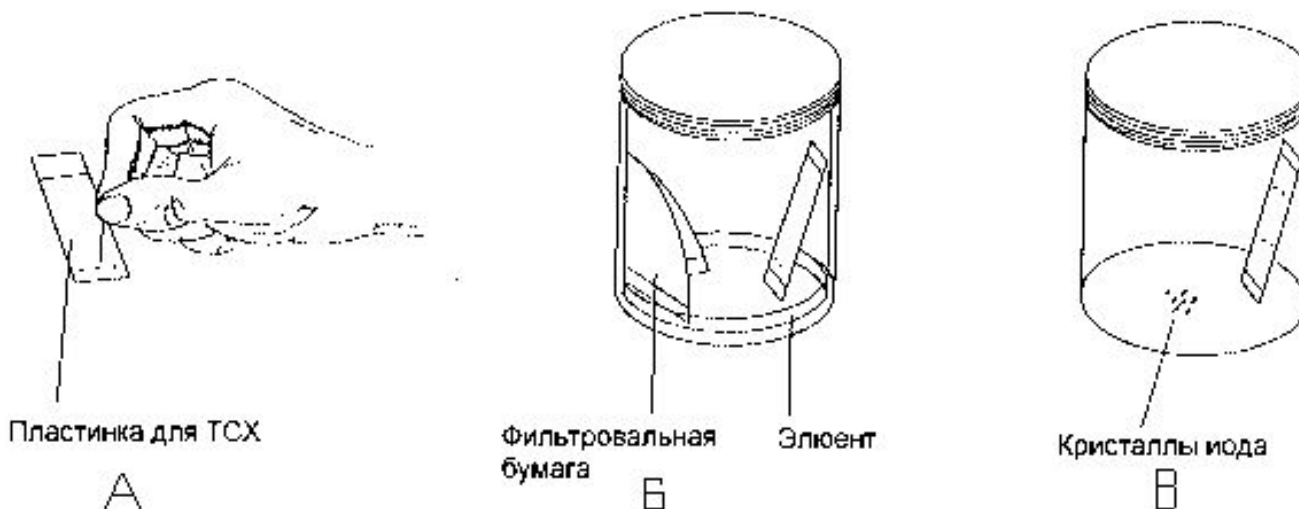
- стекло
- пластика
- алюминий
- силикагель
- целлюлоза
- оксид алюминия



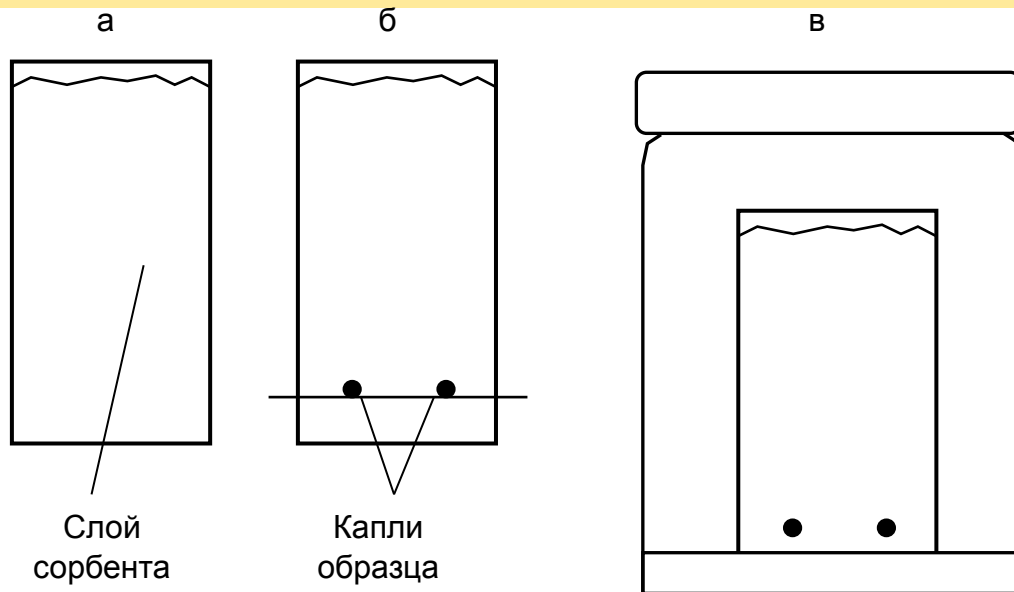
# Классификация

**Варианты:**      **Режим подачи элюента:**

- восходящая
- нисходящая
- радиальная
- непрерывный
- многократный
- ступенчатый
- градиентный
- двумерный



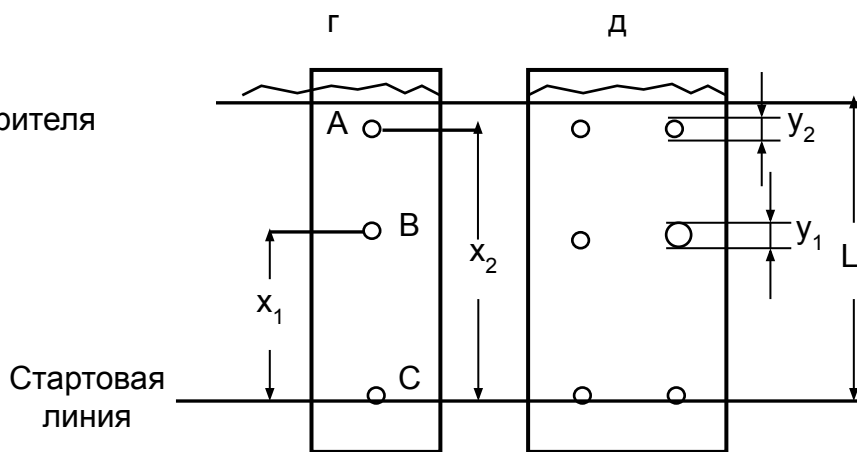
# Хроматографические параметры



$$R_f = x/L$$
$$\Delta R_f \geq 0.1$$

$$H = L/N = Ly^2/16x^2$$

Фронт растворителя



$$R_s = 2(x_2 - x_1)/(y_1 + y_2)$$

$$\alpha = (1/R_{f1} - 1)/(1/R_{f2} - 1)$$

# Идентификация

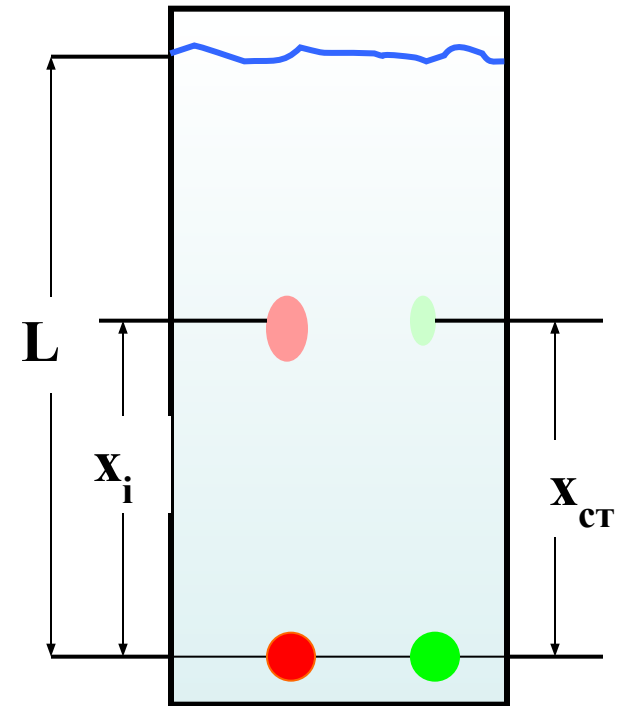
- **Просмотр хроматограммы**
  - **флуоресцентный агент в слое сорбента (УФ)**
  - **эксикатор с йодом**
  - **пульверизатор с реагентом-проявителем**

## Качественный анализ

- сравнение величины  $R_f$  соединения, находящегося в смеси ( $R_{fi}$ ), со значением  $R_f$  стандартного образца ( $R_{fст}$ )

$$R_{fi} = x_i/L$$

$$R_{fст} = x_{ст}/L$$



# ТСХ. Количественный анализ

- **Непосредственно на хроматограмме**
  - по размеру пятна
  - спектрофотометрически по спектрам поглощения и отражения
  - флуориметрическим методом
  - рентгенофлуоресцентным методом
  - радиометрическим методом

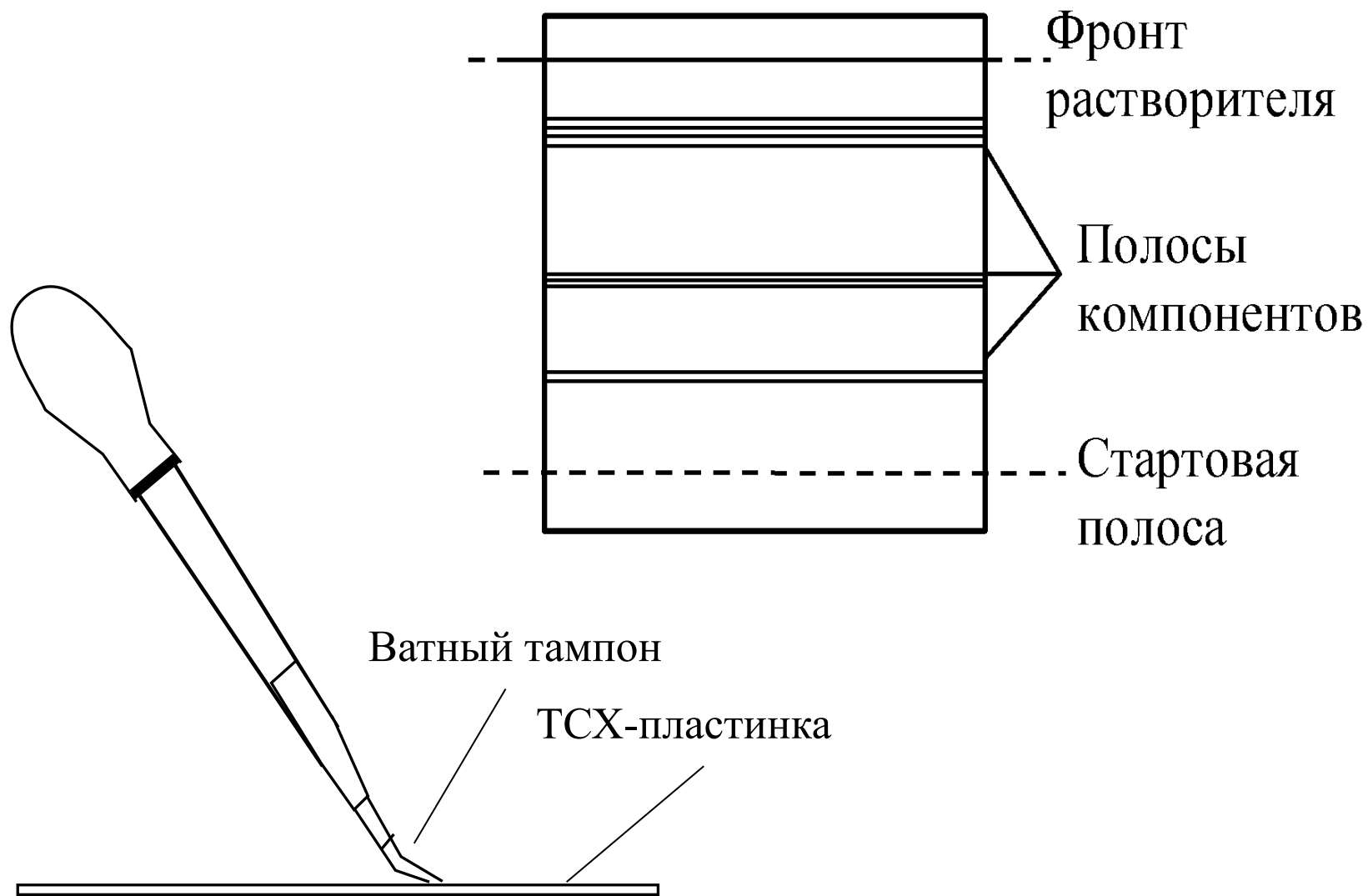


# ТСХ. Количественный анализ

**Анализируемое вещество  
вымывают из слоя сорбента после  
вырезания зоны, полученный  
раствор анализируют**

- спектрофотометрическим методом
- флуориметрическим методом
- атомно-абсорбционным методом

# Препаративная ТСХ



# **АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ**

## **1. Плоскостная хроматография**

### **1.2. Бумажная хроматография**

# Бумажная хроматография

По механизму разделения –  
распределительная  
хроматография



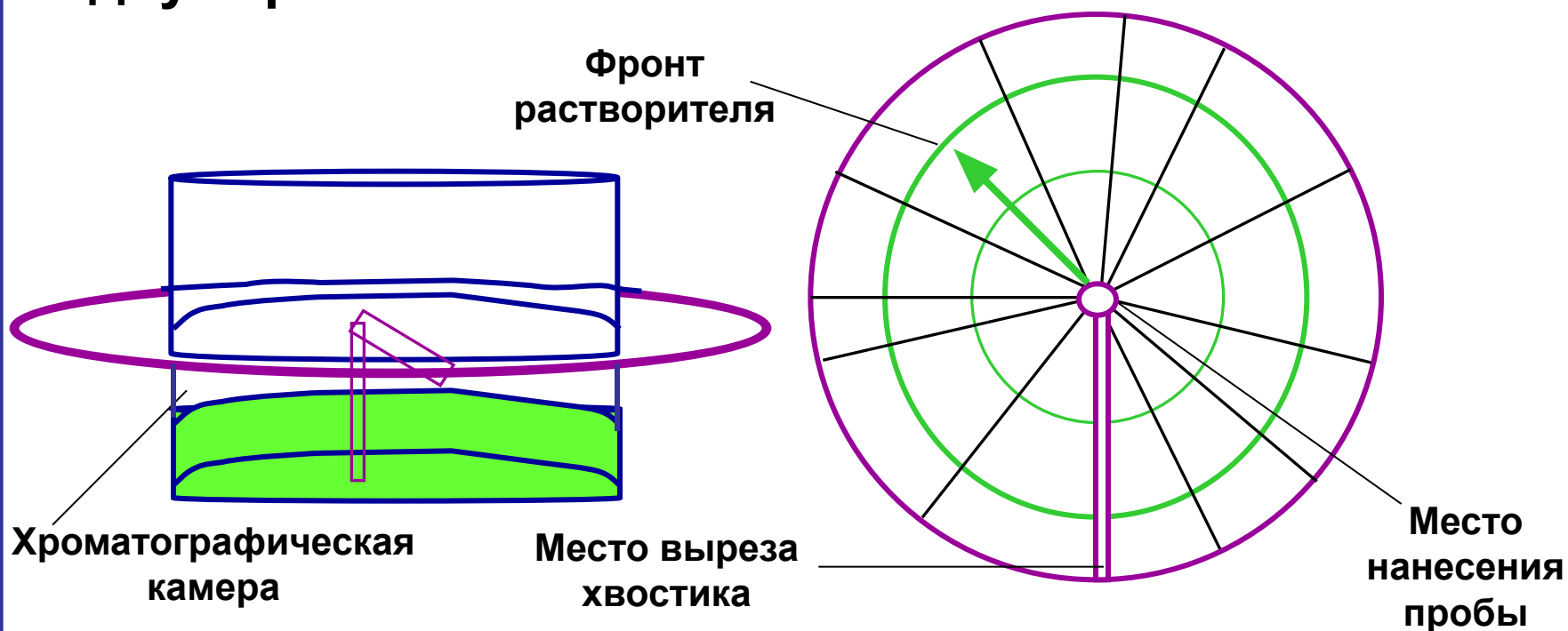
Варианты:

- **НФ** - полярная, **ПФ** – неполярная (гидрофобная)
- Обращенно-фазовый вариант – неполярная (гидрофобная) **НФ**, полярная **ПФ**

# Бумажная хроматография

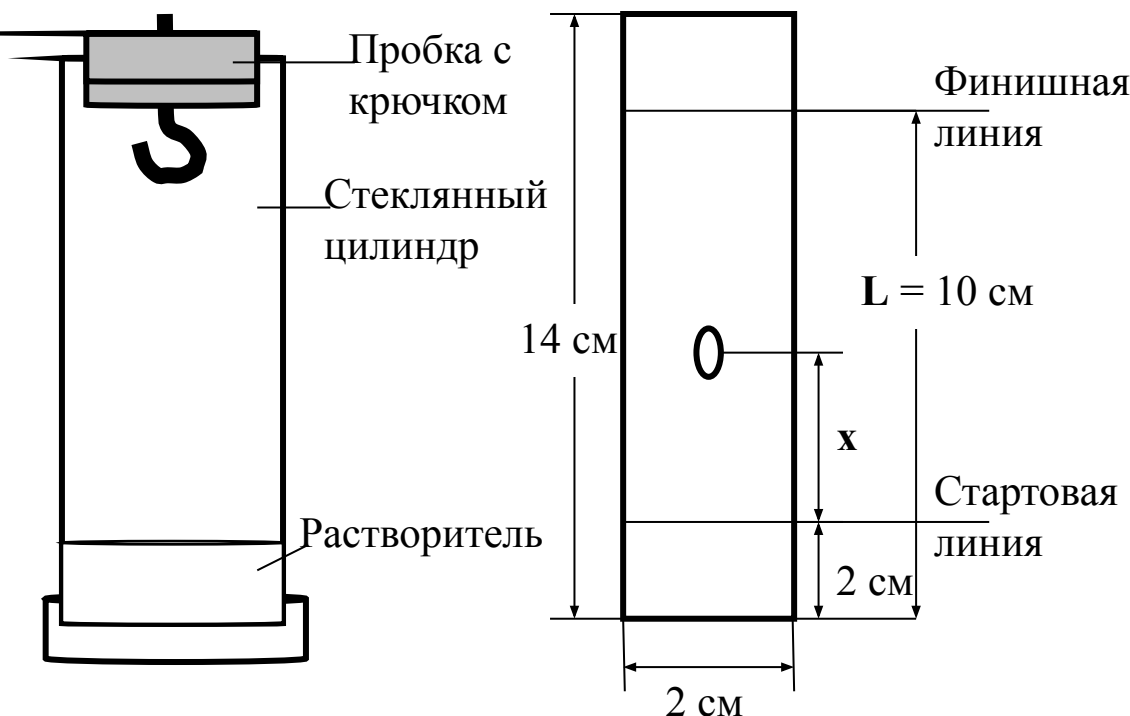
## Варианты:

- восходящая
- нисходящая
- радиальная
- двумерная

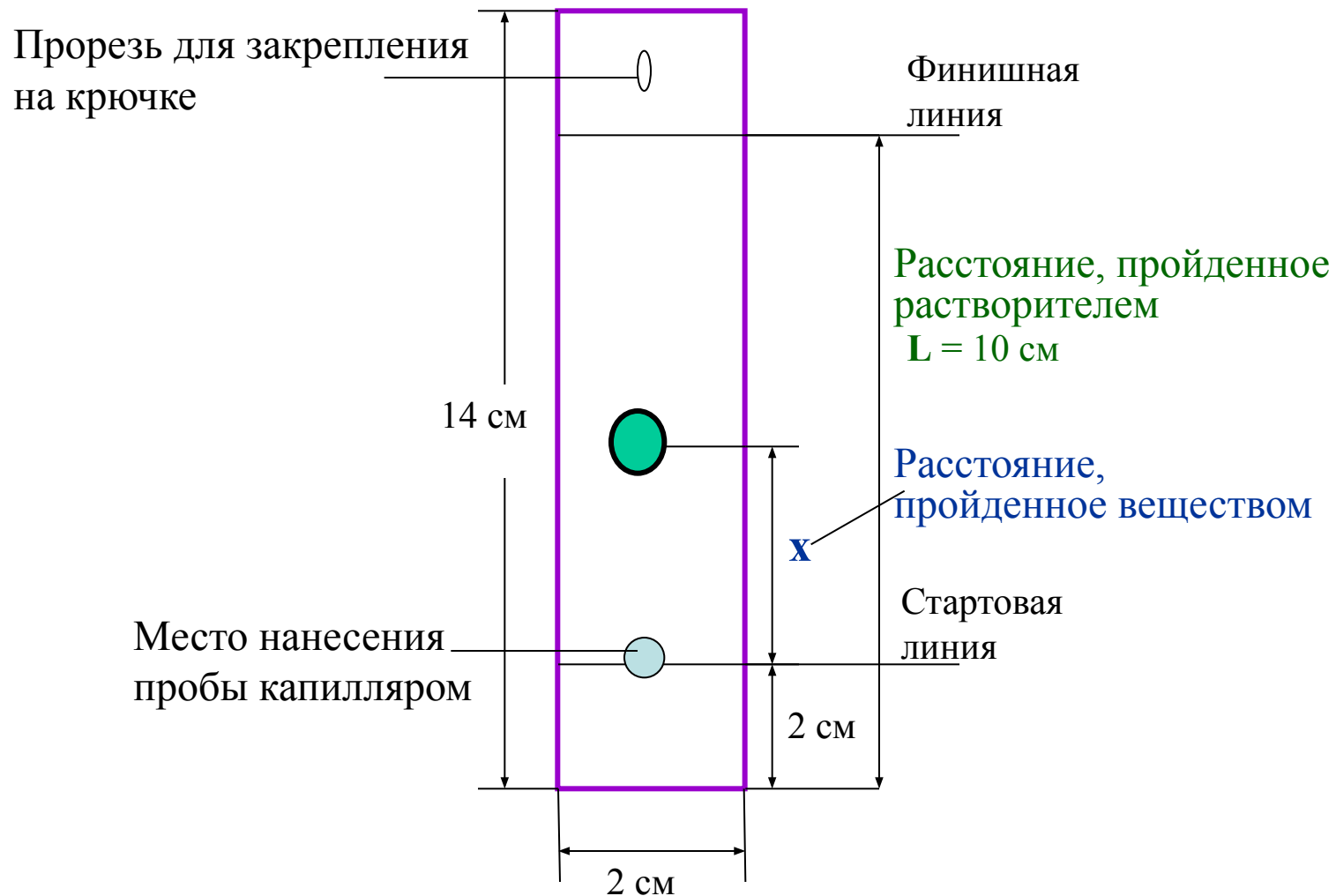


# Определение катионов металлов методом бумажной хроматографии

Для разделения катионов металлов методом одномерной восходящей бумажной хроматографии в качестве подвижной фазы применяют смесь соляная кислота-ацетон в соотношении 80:20, а в качестве проявителей – соответствующие реагенты.



# Бумажная хроматография



# Бумажная хроматография

$$x = R_f \times L$$

Катион	M1	M2	M3	M4
$R_f$				
x				

Величины  $R_f$  определяемых катионов

Катион	$R_f$	Катион	$R_f$
$\text{Cr}^{3+}$	0.02	$\text{Cu}^{2+}$	0.77
$\text{Ni}^{2+}$	0.13	$\text{Zn}^{2+}$	0.94
$\text{Al}^{3+}$	0.15	$\text{Cd}^{2+}$	1.00
$\text{Mn}^{2+}$	0.25	$\text{Bi}^{3+}$	1.00
$\text{Co}^{2+}$	0.54	$\text{Fe}^{3+}$	1.00
$\text{Pb}^{2+}$	0.7		



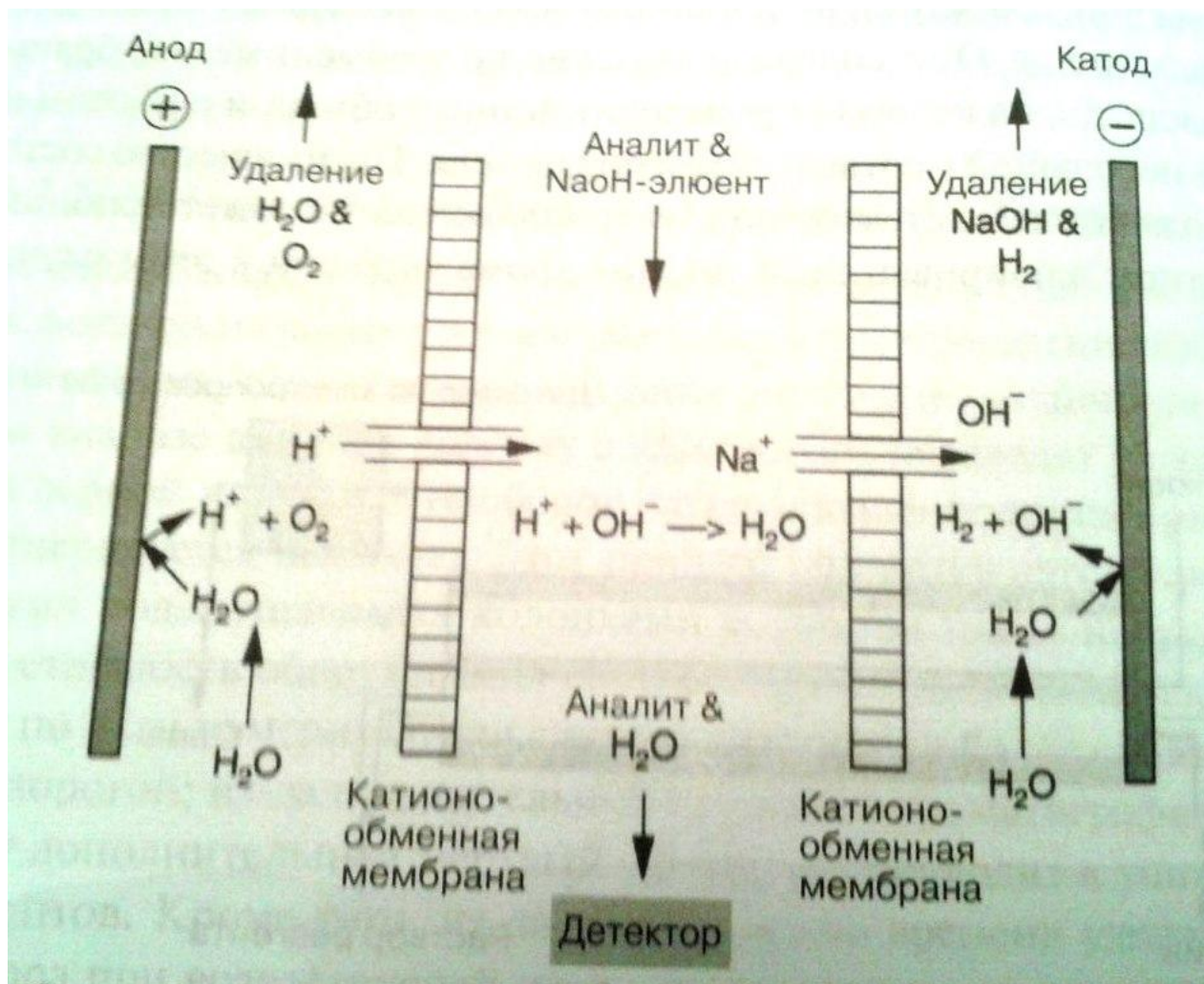
# Бумажная хроматография

## Реагенты- проявители

Катионы	Реагенты	Окраска зоны
$\text{Ni}^{2+}$	1 % ДМГО (реактив Чугаева), пары $\text{NH}_3$ (конц)	<b>Красный</b>
$\text{Mn}^{2+}$	Смесь 2 М $\text{NaOH}$ и 3% $\text{H}_2\text{O}_2$ , бензидин	<b>Синий</b>
$\text{Co}^{2+}$	насыщ. $\text{NH}_4\text{NCS}$ , ацетон	<b>Синий</b>
$\text{Cu}^{2+}$	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	<b>Буро-красный</b>
$\text{Pb}^{2+}$	$\text{KI}$	<b>Желтый</b>
$\text{Zn}^{2+}$	Дитизон	<b>Красный</b>
$\text{Cd}^{2+}$	Тиомочевина, $\text{NH}_3$	<b>Желтый</b>
$\text{Fe}^{3+}$	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	<b>Синий</b>
$\text{Bi}^{3+}$	<i>o</i> -оксихинолин, $\text{KI}$	<b>Оранжевый</b>
$\text{Cr}^{3+}$	Смесь 2 М $\text{NaOH}$ и 3% $\text{H}_2\text{O}_2$ , бензидин	<b>Синий</b>
$\text{Al}^{3+}$	Ализарин, пары $\text{NH}_3$ (конц)	<b>Розовый</b>

# Электрохимическое подавление для анионов

- На электродах – разложение воды



# Электрохимическое подавление для катионов

