

АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

1. Плоскостная хроматография

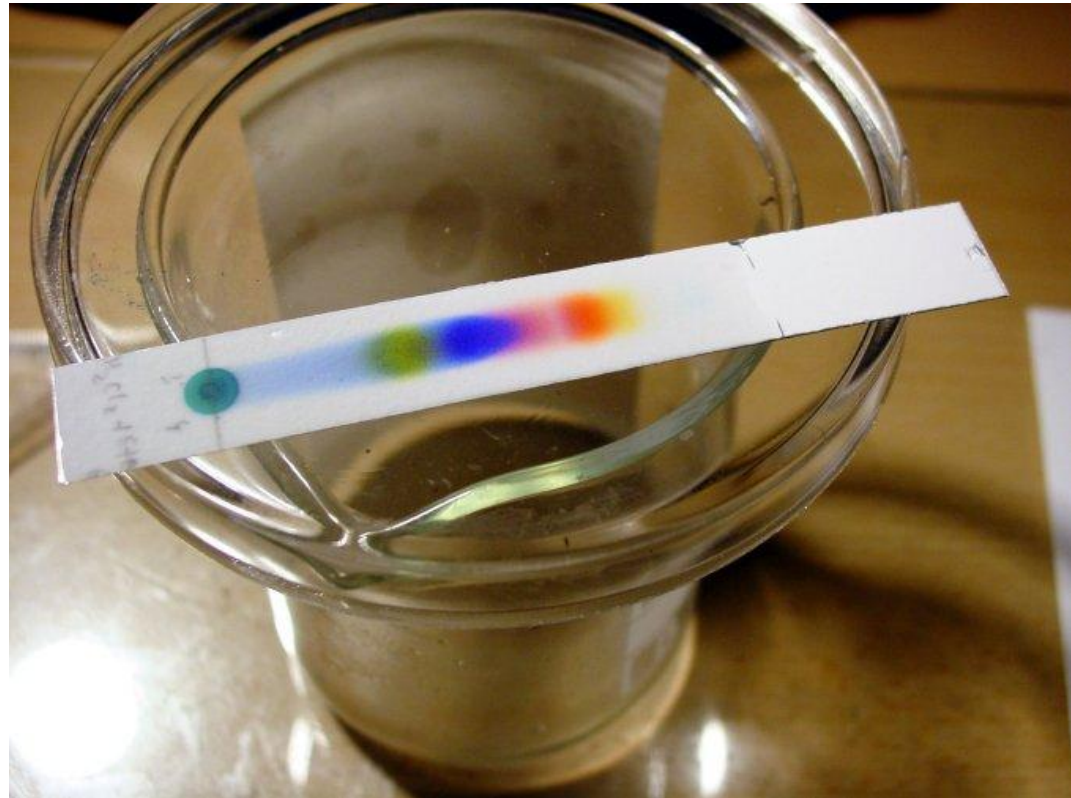
1.1. Тонкослойная хроматография



ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

Достоинства метода ТСХ:

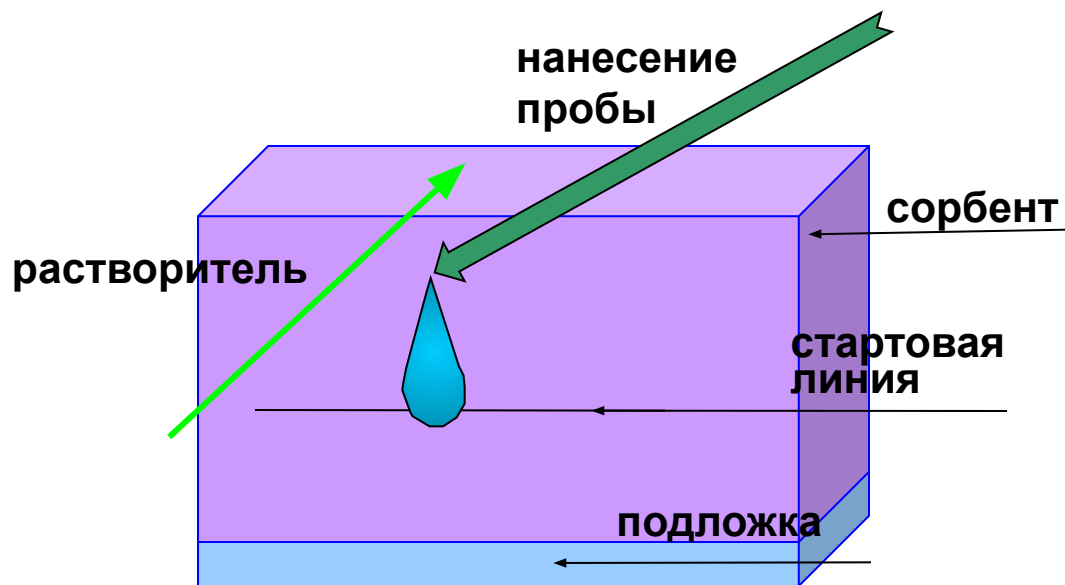
- прост по технике выполнения
- позволяет анализировать микрообъекты
- экспрессен
- не требует дорогостоящего оборудования



ТСХ – жидкостно-адсорбционная

Подложка + Сорбент

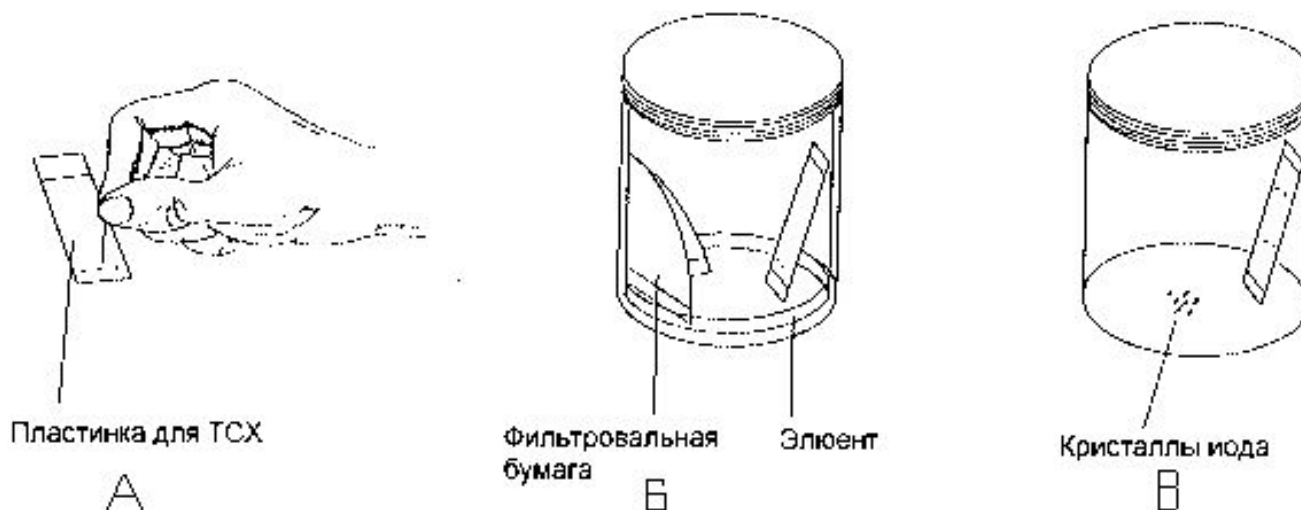
- стекло
- пластика
- алюминий
- силикагель
- целлюлоза
- оксид алюминия



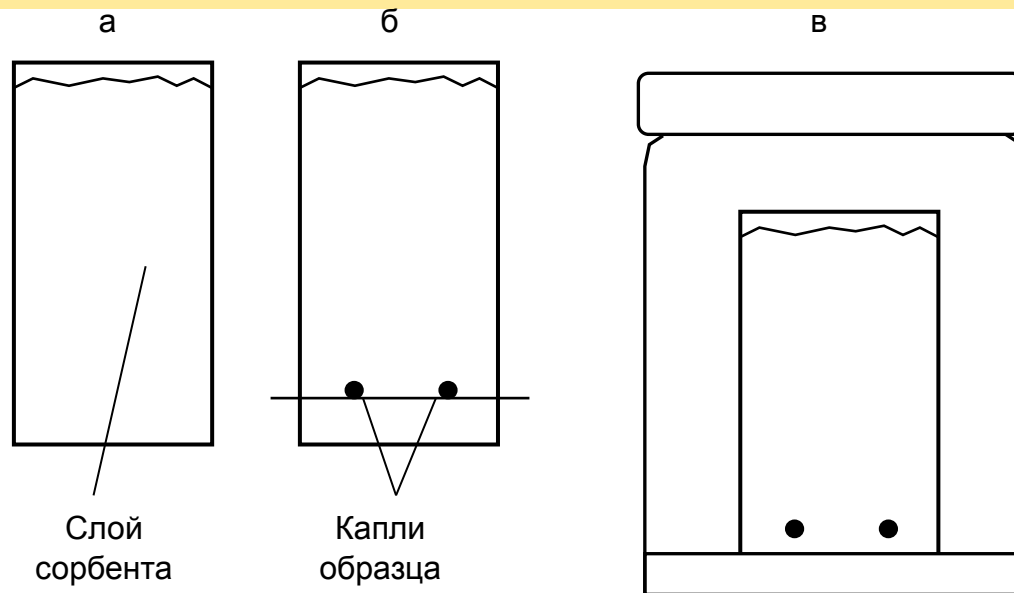
Классификация

Варианты: Режим подачи элюента:

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



Хроматографические параметры

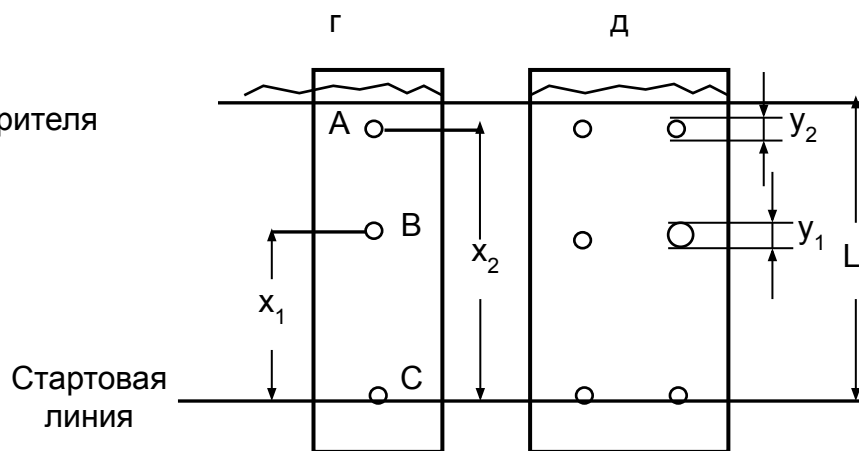


$$R_f = x/L$$

$$\Delta R_f \geq 0.1$$

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

Фронт растворителя



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

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

Идентификация

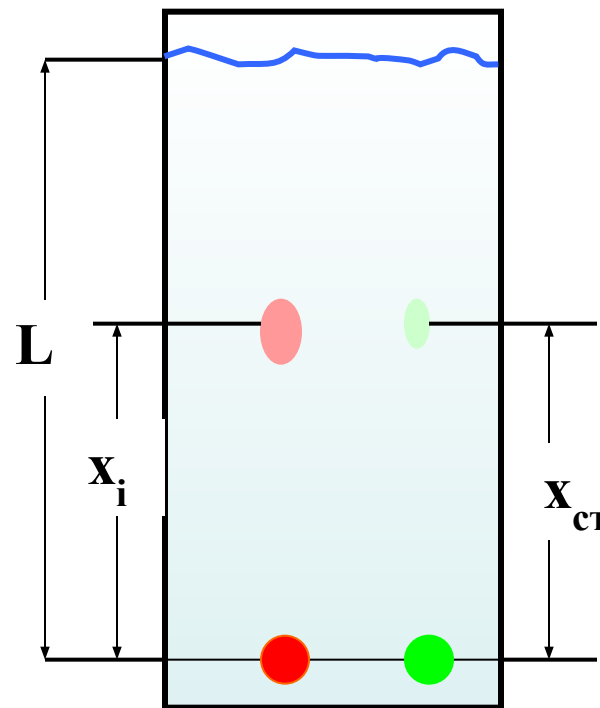
- **Просмотр хроматограммы**
 - **флуоресцентный агент в слое сорбента (УФ)**
 - **экдикатор с йодом**
 - **пульверизатор с реагентом-проявителем**

Качественный анализ

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

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

$$R_{fct} = x_{ct} / L$$



ТСХ. Количественный анализ

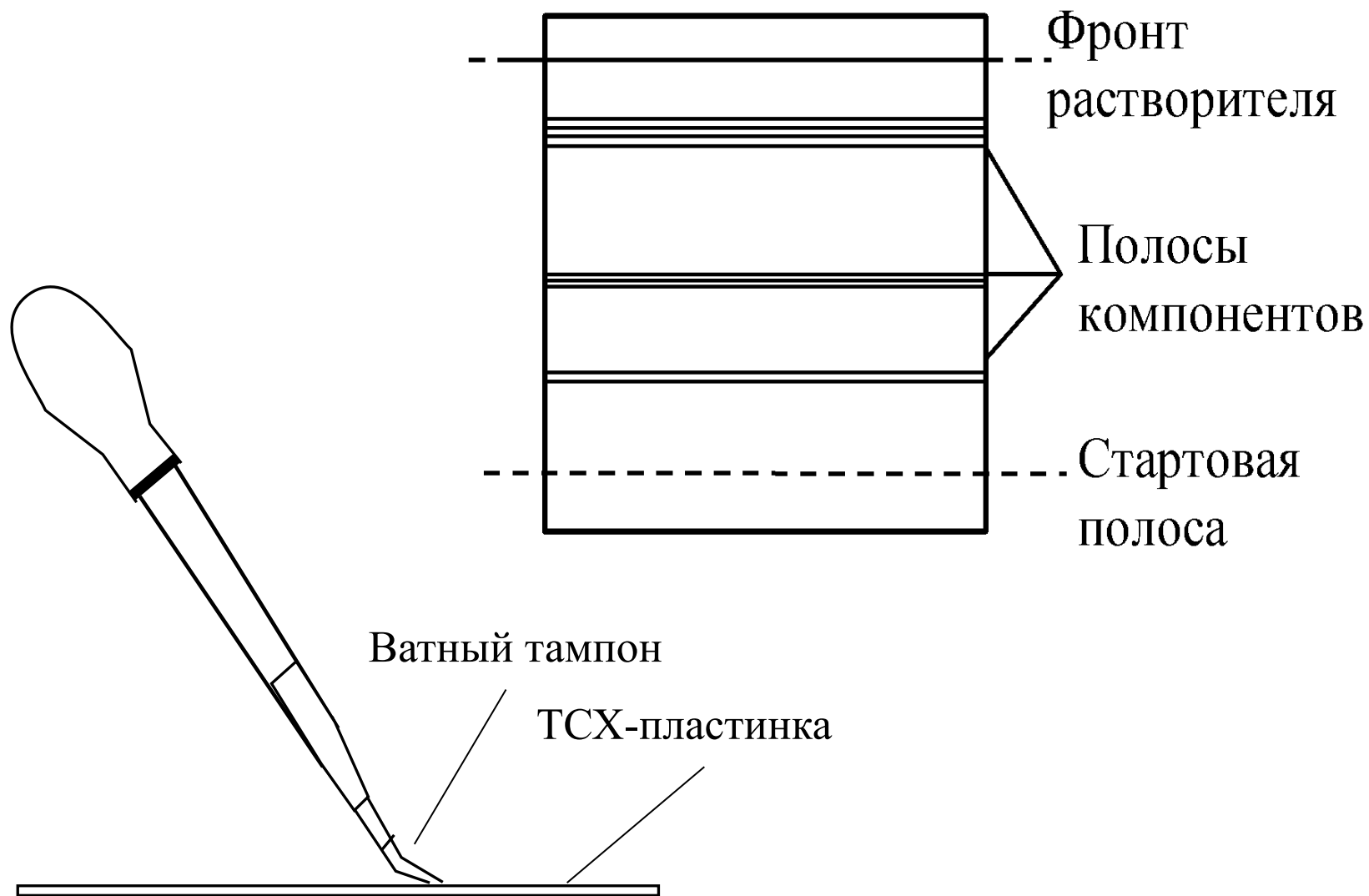
- **Непосредственно на хроматограмме**
 - по размеру пятна
 - спектрофотометрически по спектрам поглощения и отражения
 - флуориметрическим методом
 - рентгенофлуоресцентным методом
 - радиометрическим методом

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:

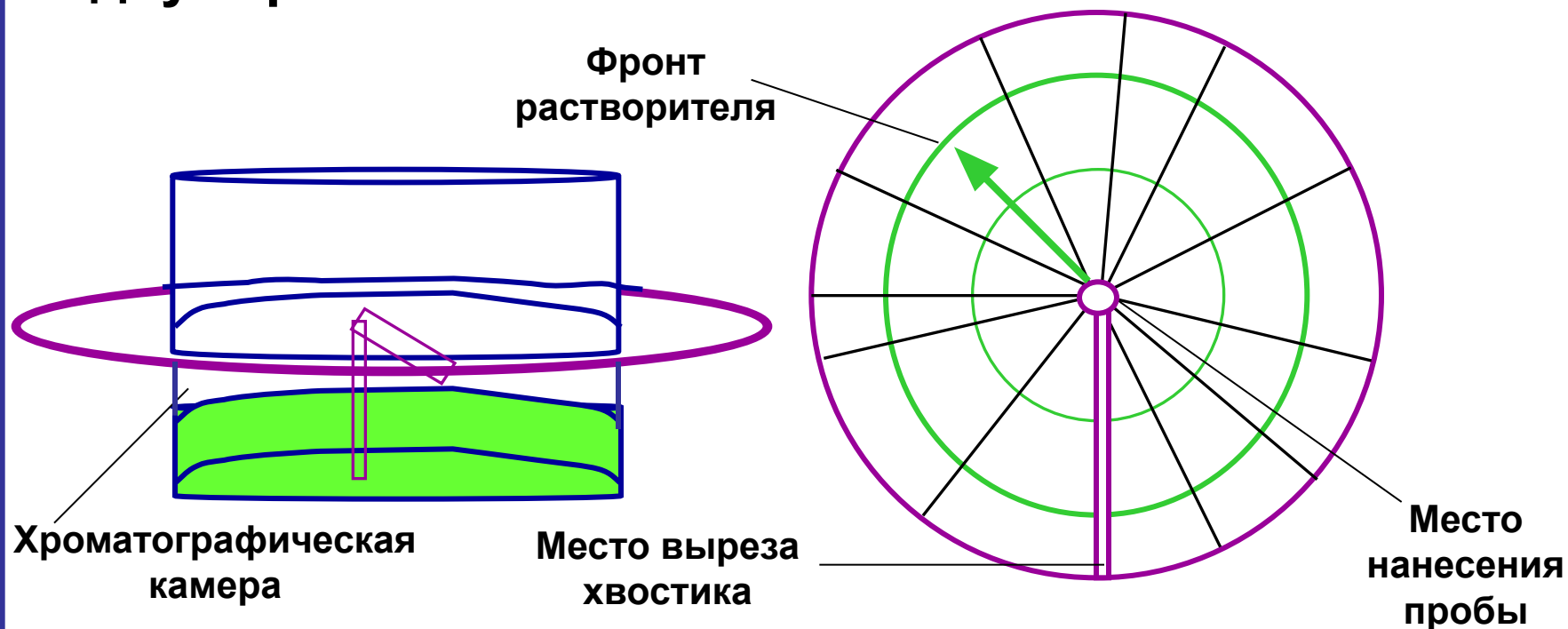
- **НФ** - полярная, **ПФ** – неполярная (гидрофобная)
- Обращенно-фазовый вариант – неполярная (гидрофобная) **НФ**, полярная **ПФ**



Бумажная хроматография

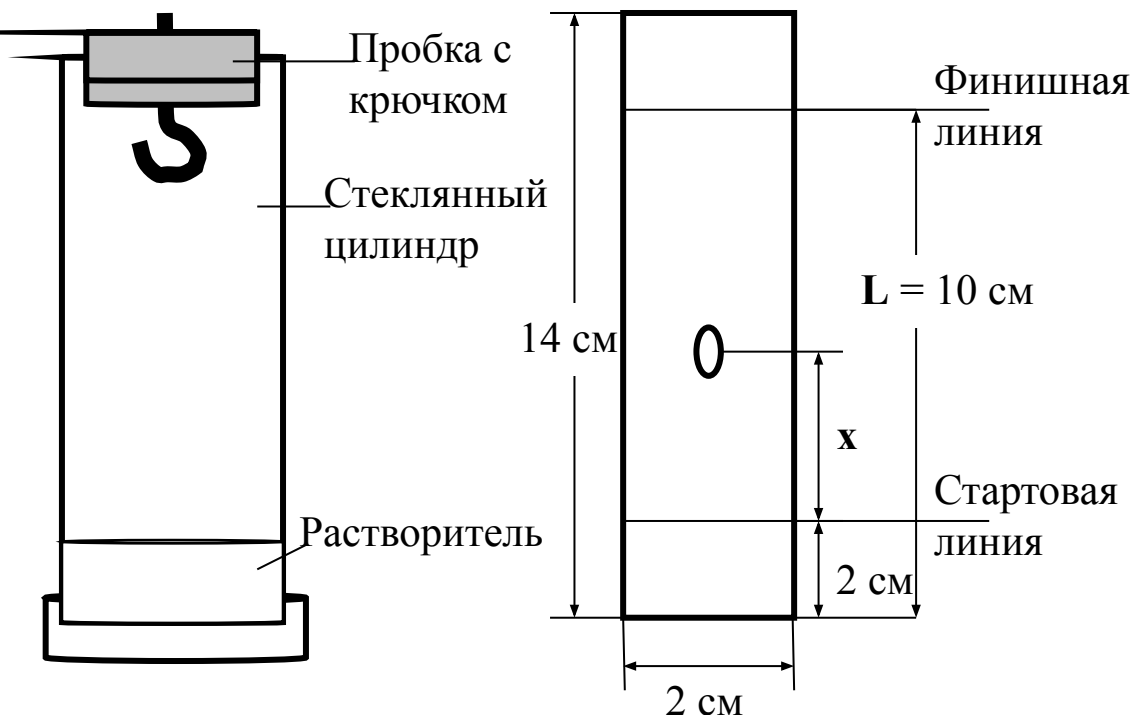
Варианты:

- восходящая
- нисходящая
- **радиальная**
- двумерная

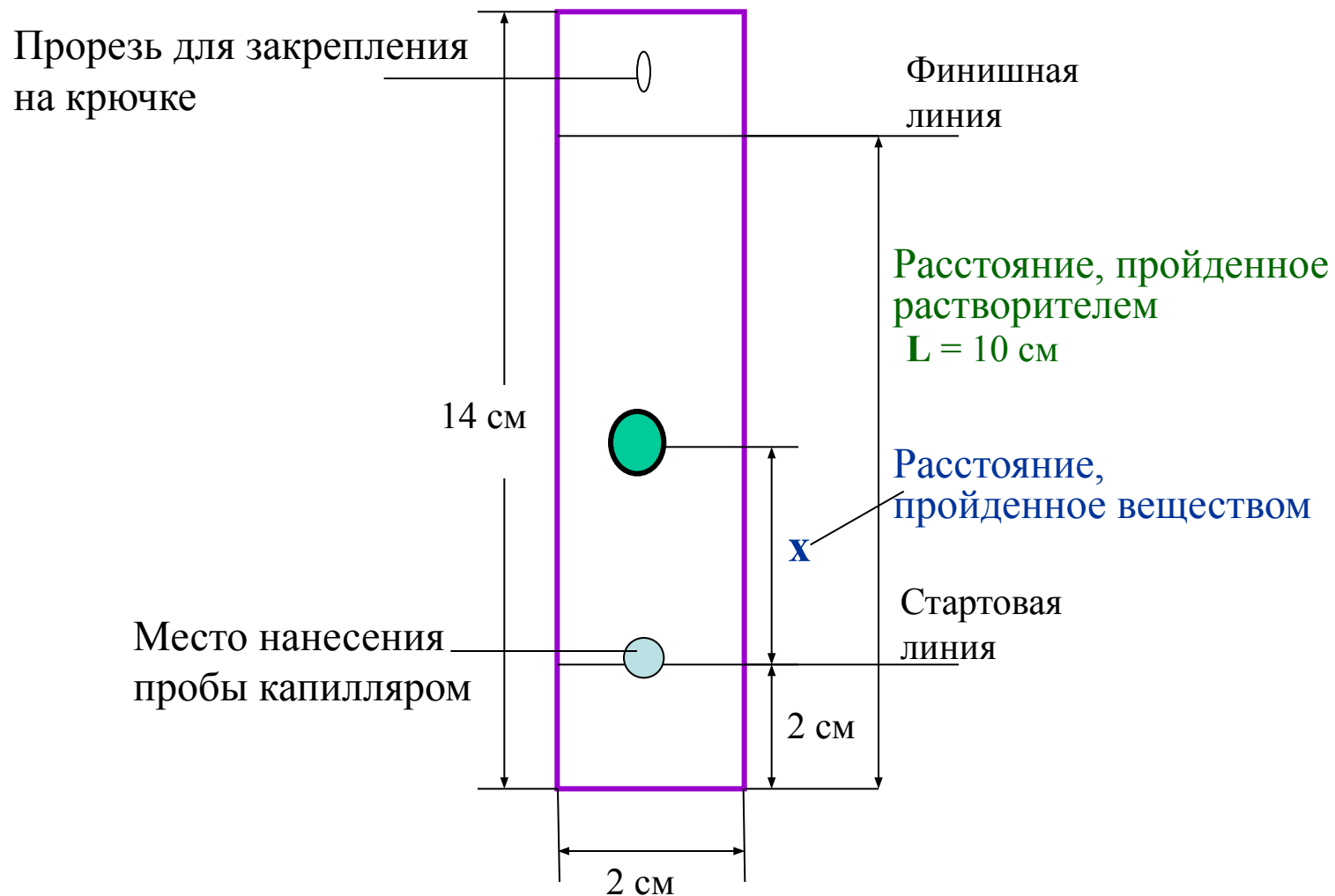


Определение катионов металлов методом бумажной хроматографии

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

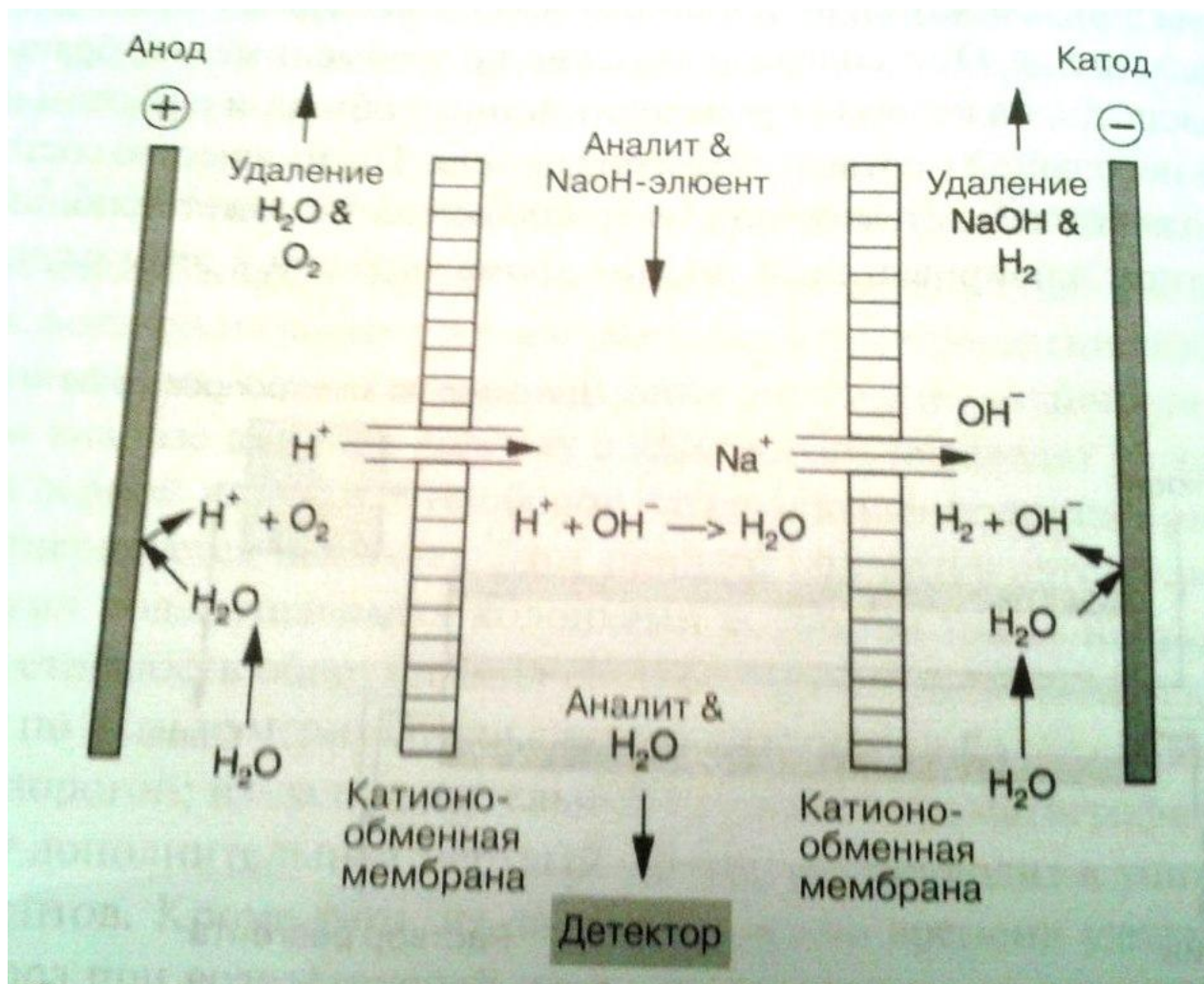
Бумажная хроматография

Реагенты- проявители

Катионы	Реагенты	Окраска зоны
Ni^{2+}	1 % ДМГО (реактив Чугаева), пары NH_3 (конц)	Красный
Mn^{2+}	Смесь 2 М NaOH и 3% H_2O_2 , бензидин	Синий
Co^{2+}	насыщ. NH_4NCS , ацетон	Синий
Cu^{2+}	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	Буро-красный
Pb^{2+}	KI	Желтый
Zn^{2+}	Дитизон	Красный
Cd^{2+}	Тиомочевина, NH_3	Желтый
Fe^{3+}	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	Синий
Bi^{3+}	<i>o</i> -оксихинолин, KI	Оранжевый
Cr^{3+}	Смесь 2 М NaOH и 3% H_2O_2 , бензидин	Синий
Al^{3+}	Ализарин, пары NH_3 (конц)	Розовый

Электрохимическое подавление для анионов

- На электродах – разложение воды



Электрохимическое подавление для катионов

