

ГУЛБЕКОВА Н.Б.
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ
ЭКСТРАКТОВ ИЗ КОРНЯ ЩАВЕЛЯ, РЕВЕНЬЯ И
СОЛОДКИ

Технологического Университета Таджикистана

Тонкослойная хроматография (ТСХ) является планарной разновидностью жидкостной хроматографии, в которой подвижная фаза (ПФ) движется в пористой среде слоя адсорбента.

Тонкослойная хроматография (ТСХ), вариант хроматографии, основанный на различии в скорости перемещения компонентов смеси в плоском тонком слое (толщина 0,1-0,5 мм) сорбента при их движении в потоке подвижной фазы (элюента). Последняя представляет собой, как правило, жидкость, однако осуществлен и газовый вариант ТСХ. В качестве сорбентов используют мелкозернистые силикагель, Al_2O_3 , целлюлозу, крахмал, полиамид, иониты и др. Суспензиями этих сорбентов покрывают пластинки из стекла, фольги или пластика; для закрепления слоя применяют крахмал, гипс или др. связующие. Промышленностью выпускаются готовые пластинки с уже закрепленным слоем сорбента. Элюентами служат обычно смеси орг. растворителей, водных растворов кислот, солей, комплексообразующих и др. веществ. В зависимости от выбора хроматографической системы (состава подвижной и неподвижной фаз) в разделении

веществ основную роль могут играть процессы адсорбции, экстракции, ионного обмена, комплексообразования. В зависимости от положения пластинки и направления потока элюента различают восходящую, нисходящую и горизонтальную ТСХ. По технике работы выделяют фронтальный анализ (когда подвижной фазой служит анализируемая смесь) и обычно используемый элюционный вариант. Применяют также "круговую" (когда анализируемый раствор и растворитель последовательно подаются в центр пластинки) и "антикруговую" ТСХ (когда анализируемый раствор наносится по окружности и элюент перемещается от периферии к центру пластинки), ТСХ под давлением (когда растворитель под давлением пропускают через слой сорбента, покрытый плотно прижатой полиэтиленовой пленкой), а также ТСХ в условиях градиента т-ры, состава сорбента и т. п. В т. наз. двухмерной ТСХ хроматографический процесс осуществляют последовательно в двух взаимно перпендикулярных направлениях с различными элюентами, что увеличивает эффективность разделения. С этой же целью применяют многократное элюирование в одном направлении. [2]

После завершения процесса пластинку вынимают из камеры, высушивают и обнаруживают разделенные зоны по собств. окраске или после опрыскивания их растворами реагентов, образующих окрашенные или флуоресцирующие пятна с компонентами разделяемой смеси. Радиоактивные вещества обнаруживают автордиографический (экспонированием на рентгеновскую пленку, наложенную на хроматографии, пластинку). Применяют также биол. и ферментативные методы детектирования. Полученная картина распределения хроматографической зон назначение хроматограммой (см. рис. 3).

Положение хроматографич. зон на хроматограмме характеризует величина R_f -отношение пути l_i , пройденного центром зоны i -го компонента от линии старта, к пути l , пройденному элюентом: $R_f = l_i/l$; R_{f1} . Величина R_f зависит

от коэф. распределения (адсорбции) и от соотношения объемов подвижной и неподвижной фаз.

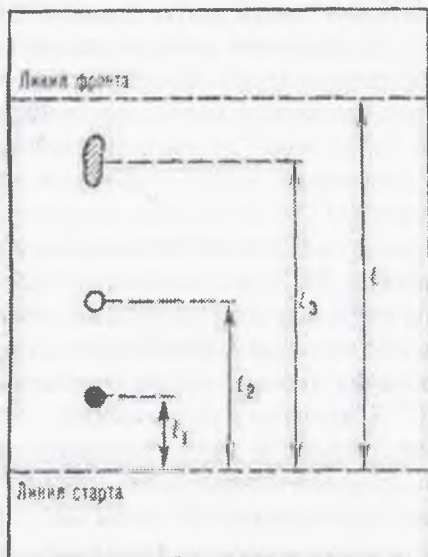


Рис 3. Хроматограмма, полученная при разделении смеси трех компонентов методом тонкослойной хроматографии [3].

На разделение в ТСХ влияет ряд факторов-состав и свойства элюента, природа, дисперсность и пористость сорбента, температура, влажность, размеры и толщина слоя сорбента, размеры камеры. Поэтому для получения воспроизводимых результатов необходимо тщательно стандартизовать условия опыта. Соблюдение этого требования позволяет устанавливать R_f с относит. стандартным отклонением 0,03. В стандартных условиях R_f постоянна для данного вещества используется для идентификации последнего.

Кол-во компонента в хроматографической зоне определяют непосредственно на слое сорбента по площади зоны (обычно ее диаметр варьирует от 3 до 10 мм) или интенсивности ее окраски (флуоресценции).

При выполнении задачи по хроматографическому разделению 2,4-динитрофенилгидразонов (ДНФГ) заранее готовят растворы 2,4-динитрофенилгидразонов безальдегида, бутирона, ацетона, ацетофенона, циклогексанона в хлороформе (0,2—0,3 г каждого 2,4-динитрофенилгидразонов на 50 мл хлороформа)¹. Приготовленные растворы помещают в склянки с хорошо притертыми пробками с надписью данного вещества. Эти растворы в дальнейшем служат «свидетелями» для определения состава контрольной задачи, полученной от преподавателя.

В качестве контрольных задач служат бинарные смеси 2,4-динитрофенилгидразонов карбонильных соединений: безальдегида и бутирона; безальдегида и ацетона; безальдегида и ацетофенона; безальдегида и циклогексанона; циклогексанона и бутирона, приготовленные той же концентрации как и «свидетели».

На стеклянную пластинку насыпают слой оксида алюминия II—III степени активности и на стартовую линию наносят с помощью капилляров по капле растворы стандартных ДНФГ («свидетели») в хлороформе и в двух местах — раствор смеси ДНФГ, полученный от преподавателя. Для нанесения каждого раствора следует пользоваться отдельным капилляром. Площадь пятен, нанесенных на стеклянную пластинку, должна быть минимальной, а количество нанесенного ДНФГ не должно превышать 0,5—1,0 мг (Ю⁶г).

В кювету наливают тройную смесь растворителей: циклогексанона, хлороформа, нитробензола в соотношении 12:3:1 по объему. Причем высота слоя этой смеси в кювете не должна превышать 1,5 см. Подготовленную пластинку ставят с осторожностью (избегая ударов ее о стенки кюветы) в наклонном положении в кювету со смесью растворителей. Затем кювету помещают в эксикатор, который закрывают пришлифованной крышкой.

После того как растворитель поднимется почти до верха пластинки, ее вынимают и измеряют длину пробега пятен и

фронта растворителя. Положение пятен на хроматограмме можно отметить, обводя их иглой. Если же они видны плохо, то пластинку высушивают на воздухе в течение 10—15 мин. [1]

Из полученных данных определяют значения:

$$Rf = \frac{\text{длина пробега пятна}}{\text{длина пробега фронта растворителя}};$$

Результаты хроматографической разделение полученных экстрактов

Полученные экстракты	<i>Rf</i>
Экстракт из корня солодки	0,3000
Экстракт из корня ревеня	0,5400
Экстракт из корня щавеля	0,2200

Литература

1. Практикум по органическому синтезу. Учебное пособие для студентов пед. Ин-тов. М. «Просвещение», 1974.
2. Гейсс Ф. Основы тонкослойной хроматографии (планарная хроматография), в 2 томах. = Fundamentals of Thin Layer Chromatography (Planar Chromatography) by F. Geiss / пер. Кошевник М. А., Лапин Б. П.. — 1988
3. Метод предложен Н.А. Измайловым и М.С. Шрайбер в 1938.