

ХРОМАТОГРАФІЧНИЙ МЕТОД АНАЛІЗУ

План лекції

1. Сутність методу
2. Класифікація методів за різними ознаками
3. Види хроматографії

Хроматографічний метод аналізу

- фізико-хімічний метод розділення та аналізу суміші газів, парів, рідин або розчинених речовин сорбційними методами в динамічних умовах.



ЦВЕТ
Михайло Семенович
(1872 - 1919)

1903 р –
сформульовано
принципи хроматографії



Хроматографія основанийа на різному розподіленні компонентів суміші між двома фазами – рухомою та нерухомою

Нерухома фаза(НФ)
(сорбент у колонці або на пластинці,
вода фіксована сорбентом
або волокнами паперу)

Рухома фаза (РФ)
(потік рідини або газу,
що пересувається разом
з компонентами суміші
крізь НФ)

Багаторазове повторення актів
«сорбція – десорбція»

Класифікація хроматографічних методів

1. За агрегатним станом фаз

Метод		Агрегатний стан	
		РФ	НФ
<i>газова</i>	Газорідинна	Г	Р
	газотвердофазна	Г	Т
<i>рідинна</i>	Рідинно-рідинна	Р	Р
	Рідинно-твердофазна	Р	Т
	Рідинна-гелева	Р	Гель

2. За механізмом взаємодії сорбенту та сорбату



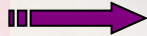
- Адсорбційна
- Розподільна
- Іонообмінна
- Афінна

3. За технікою проведення



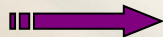
- Колоночна
- Площинна
(паперова та тонкошарова)

4. За метою хроматографування



- Аналітична (якісний та кількісний аналіз)
- Препаративна (очищення речовин, концентрування розчинів, виділення мікродомішок)
- Промислова (для автоматичного керування процесом)

5. За способом введення проби та способу переміщення компонентів вздовж колонки



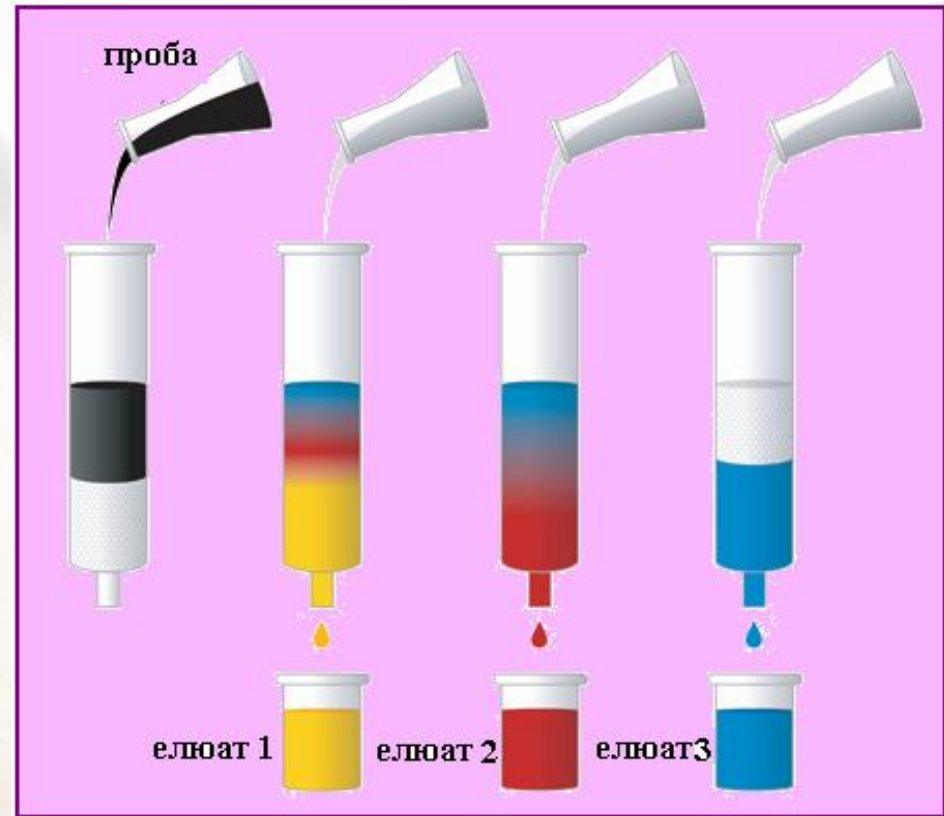
- Елюентна (проявна)
- Витискувальна
- Фронтальна

МЕТОД ЕЛЮЕНТНОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

Елюент – нейтральний розчинник (або інертний газ)

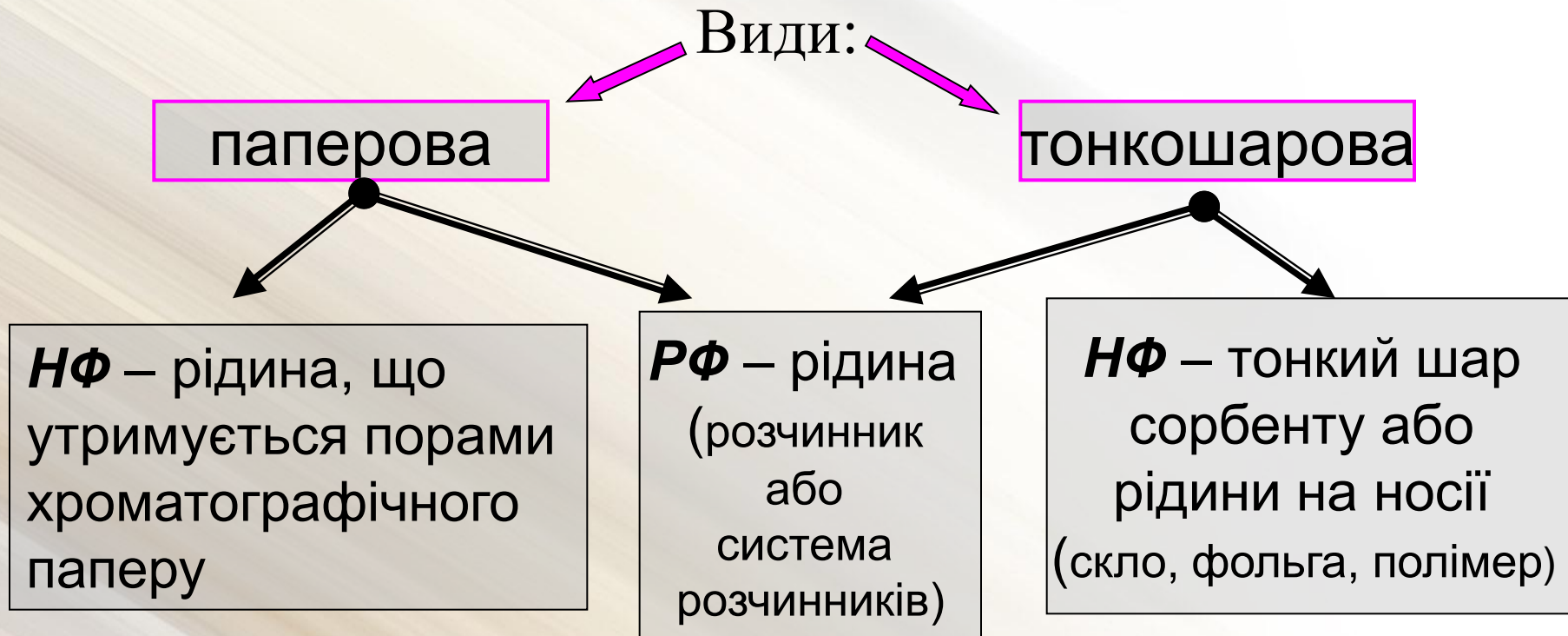
Елюат - РФ, що виходить з колонки та містить розділені компоненти

Хроматограма - графічне зображення розподілення речовин в елюаті



РОЗПОДІЛЬНА ХРОМАТОГРАФІЯ

Основана на різниці у величинах коефіцієнтів розподілу окремих компонентів між **РФ** та **НФ**



Паперова хроматографія

сутність



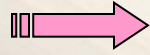
основана на різному розподілі суміші речовини між двома розчинниками, що не змішуються

РФ



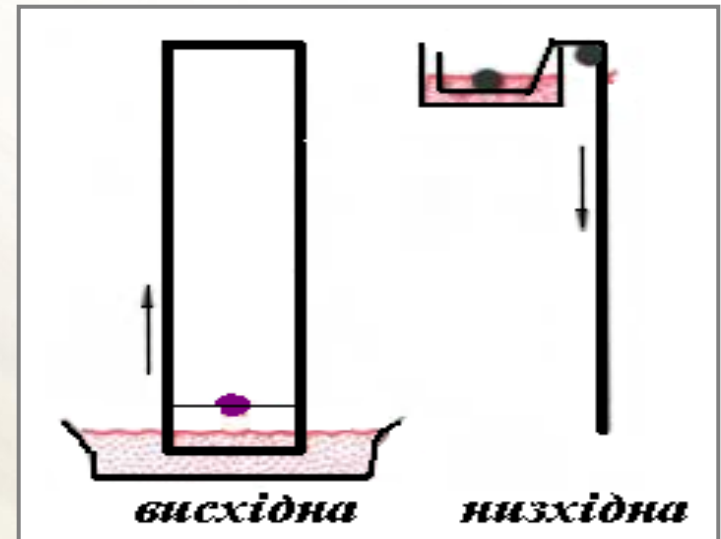
система розчинників

НФ



розчинник, який утримується у порах носія – хроматографічного паперу

За технікою виконання буває:



Тонкошарова хроматографія (ТШХ)

сутність



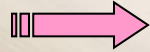
Основана на багаточисельному акті “адсорбція – десорбція” компонентів суміші між РФ та НФ

РФ



система розчинників

НФ



Адсорбент (силікагель, Al_2O_3) на носії (склі, алюмінії, полімері)

Шар сорбенту

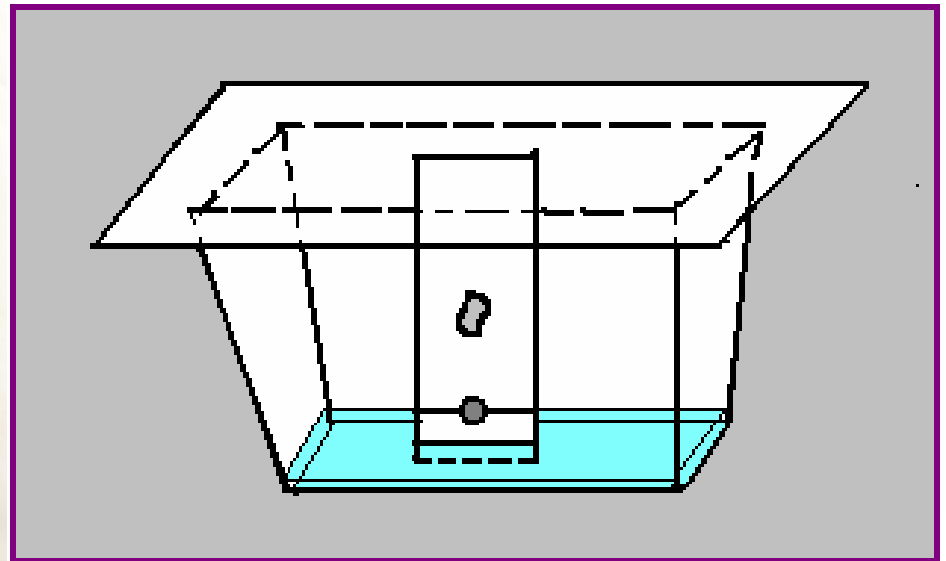
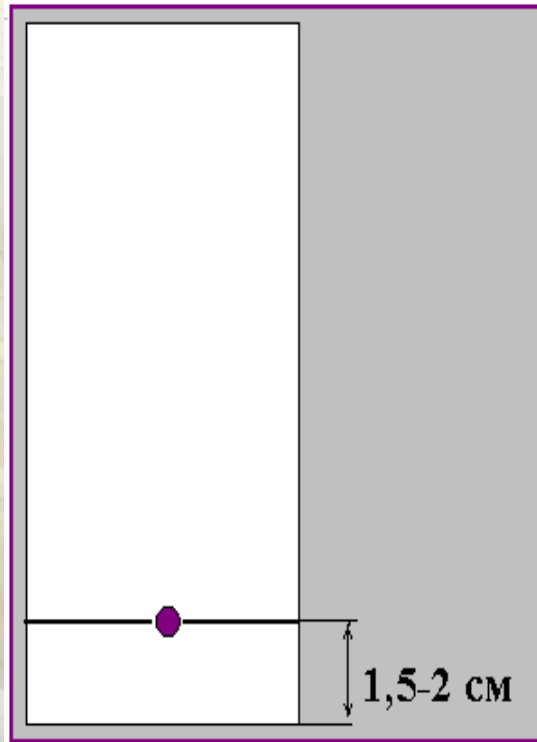
незакріплений

закріплений:

- адсорбент + гіпс або крохмаль;
- готові пластинки (“Silufol”)

Етапи проведення ТШХ

1. Підготовка хроматографічної камери.
2. Нанесення проби.



3. Визрівання хроматограми.

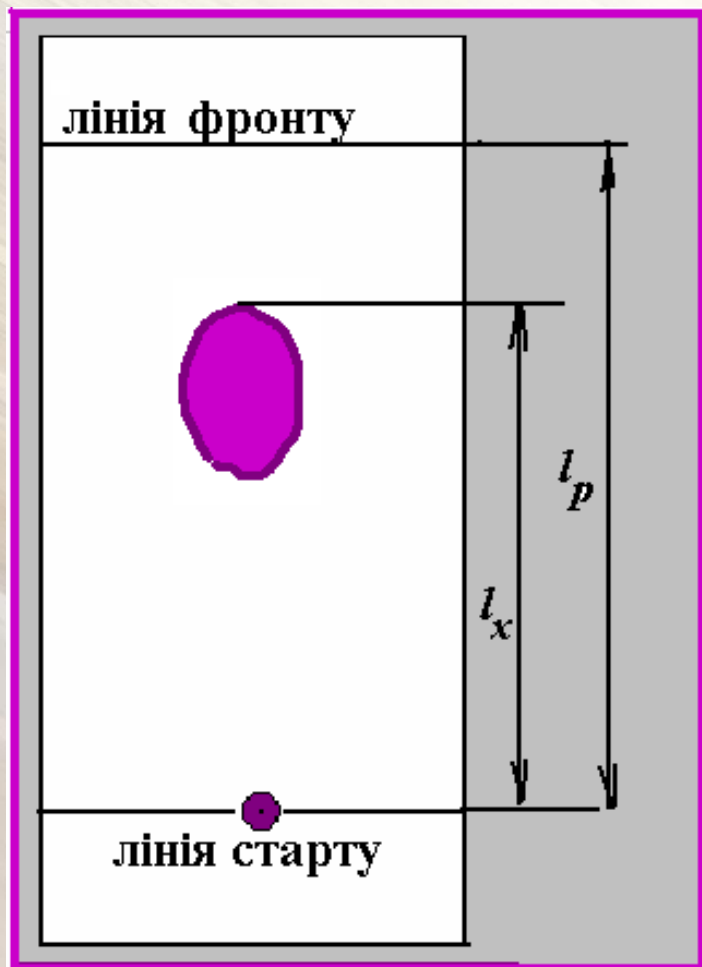
4. Проявлення хроматограми

Якщо плями не забарвлені, хроматограму :

- розглядають в УФ-променях;
- обприскують якісним реагентом;
- вміщують в камеру, насичену парами йоду

5. Проведення якісного аналізу

Якісна характеристика – *величина утримування*



-це відстань від точки нанесення плями до верхньої кромки плями до відстані, пройденої фронтом розчинника

$$R_f = \frac{l_x}{l_p}$$

6. Проведення кількісного аналізу

- Визначення площини плями
- Визначення маси плями
- Елюювання речовини в мірну колбу

методом:

***додатків
порівняння
градувального графіку***

ГАЗОВА ХРОМАТОГРАФІЯ

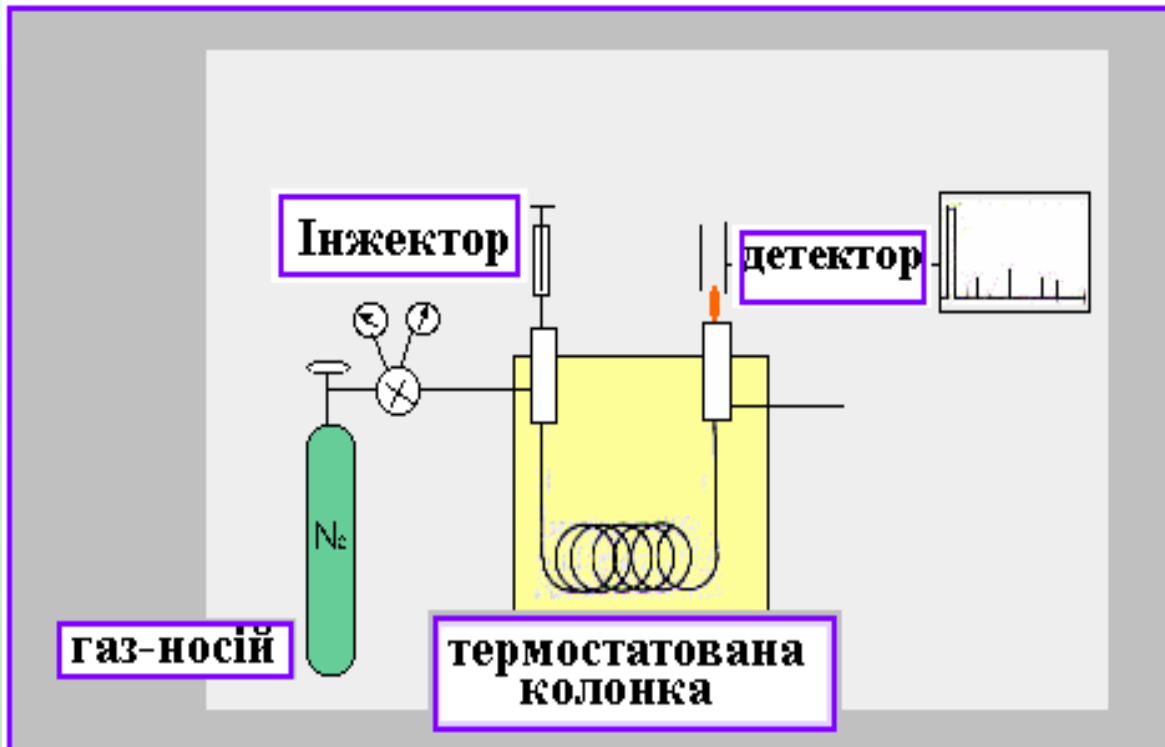
РФ

Інертний газ-носіє:
He, N₂, Ar, рідко H₂, CO₂

НФ

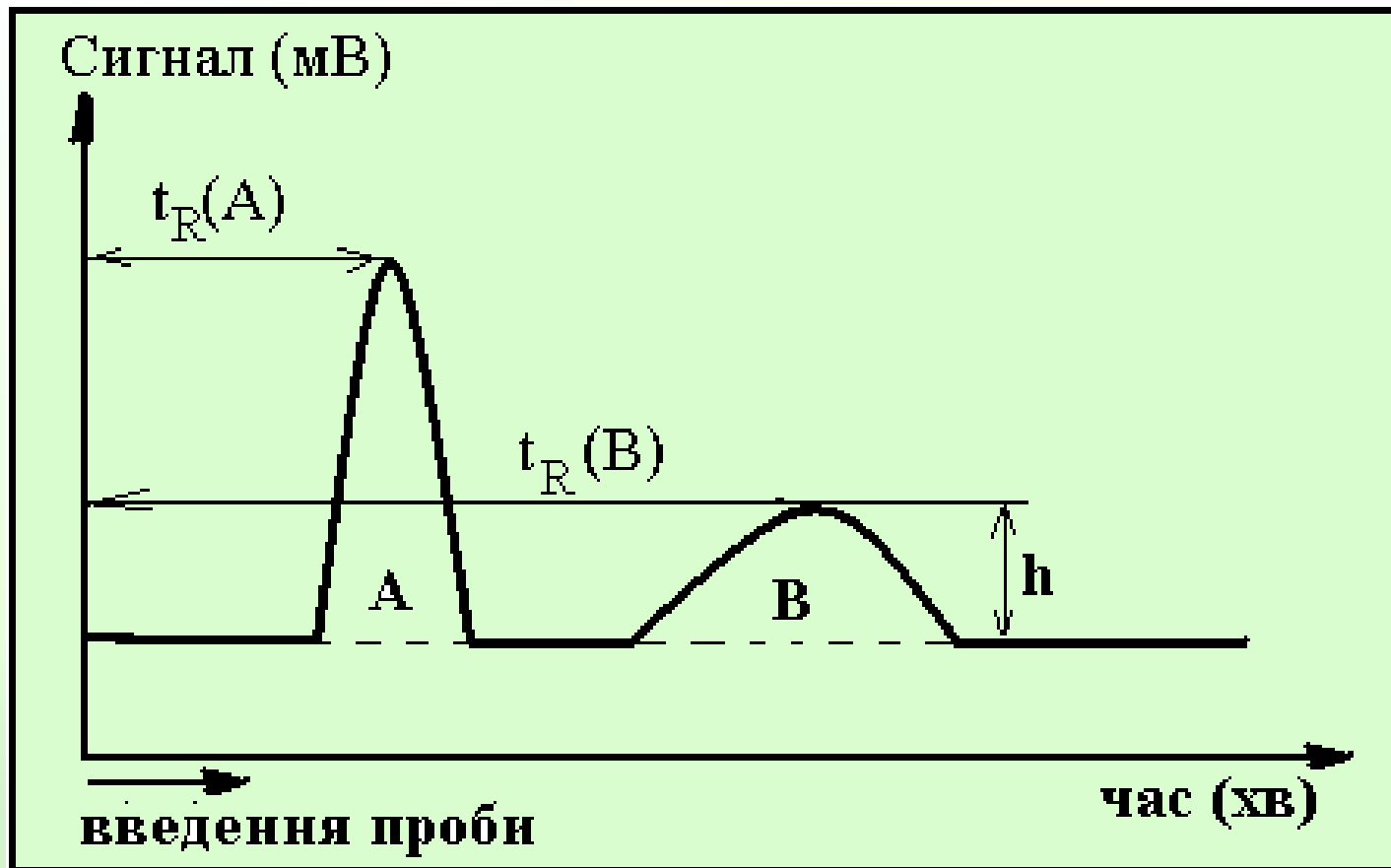
Сорбент

Блок-схема хроматографа



1. балон з газом-носієм
2. інжектор для введення проб
3. хроматографічна колонка
4. Детектор
5. Реєстратор сигналу

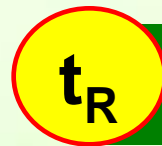
Параметри хроматограми



t_R – час утримування
h – висота піку

Якісний аналіз

Порівняння часу утримування невідомого компонента t_{RX} з часом утримування стандартних речовин t_{Rcm}



Якісна характеристика

Більш точно – час відносного утримування

$$t_R(\text{відн}) = \frac{t_R(A)}{t_R(Bc)}$$

Bc – внутрішній стандарт

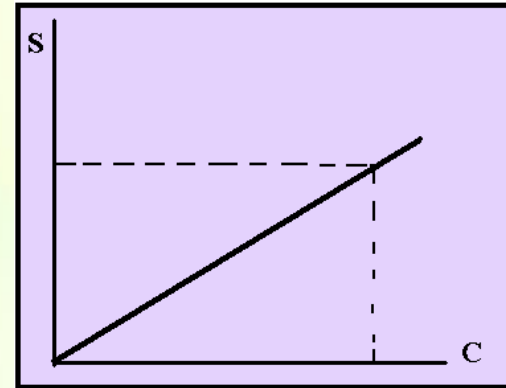
Кількісний аналіз

S (h)

Кількісна характеристика

Способи визначення складу суміші

Метод абсолютної градуїровки



Метод внутрішньої нормалізації

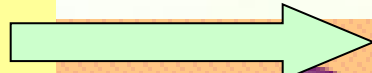
$$W_i = \frac{k \cdot S_i}{\sum k \cdot S} 100\%$$

Метод внутрішнього стандарту

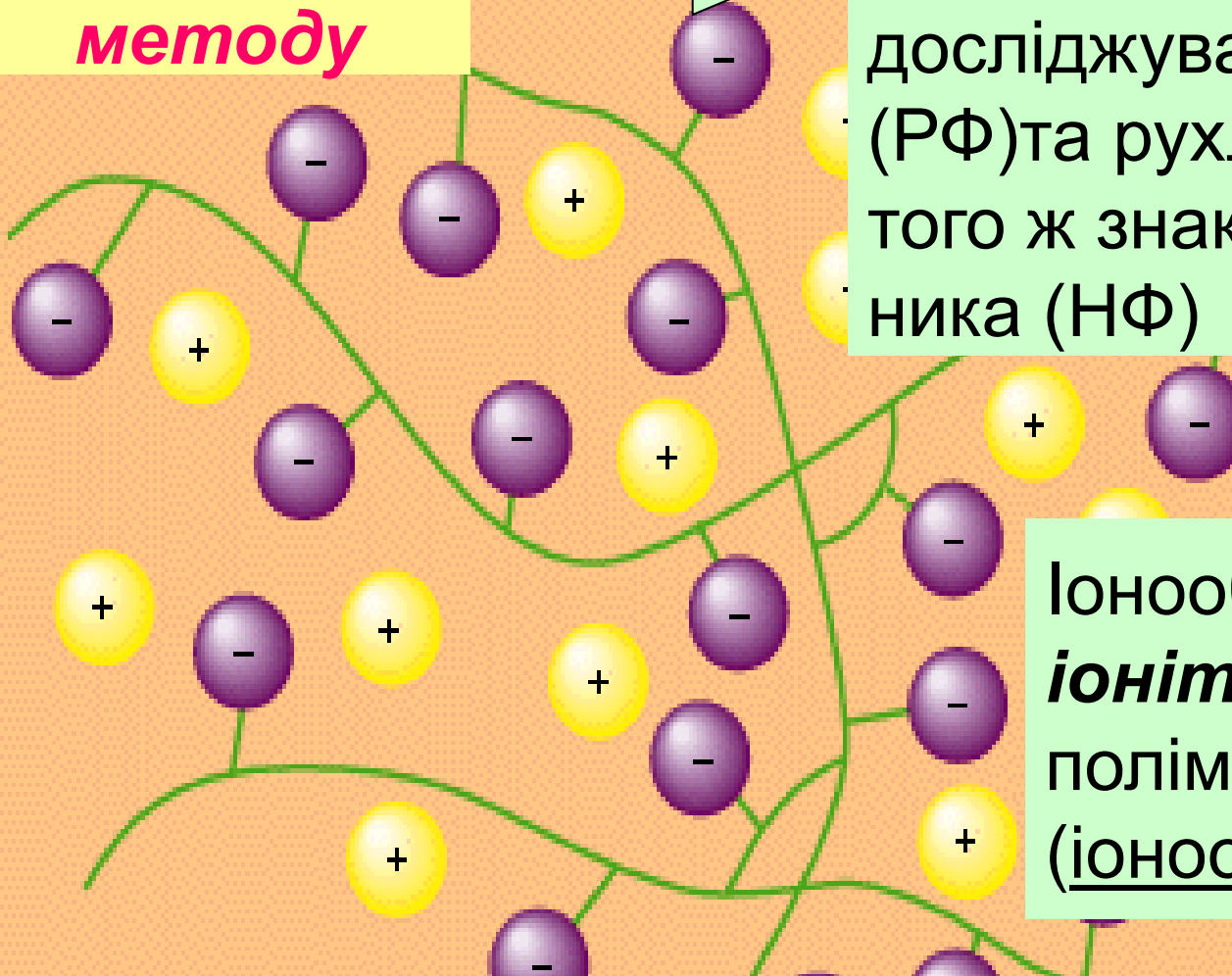
$$m(A) = \frac{k \cdot h(A)}{k(Bc) \cdot h(Bc)} \cdot m(Bc)$$

ІОНООБМІННА ХРОМАТОГРАФІЯ

**Сутність
методу**



Процес обміну між іонами досліджуваного розчину (РФ) та рухливими іонами того ж знаку іонообмінника (НФ)



Іонообмінники або **іоніти** – синтетичні полімерні речовини – іонообмінні смоли

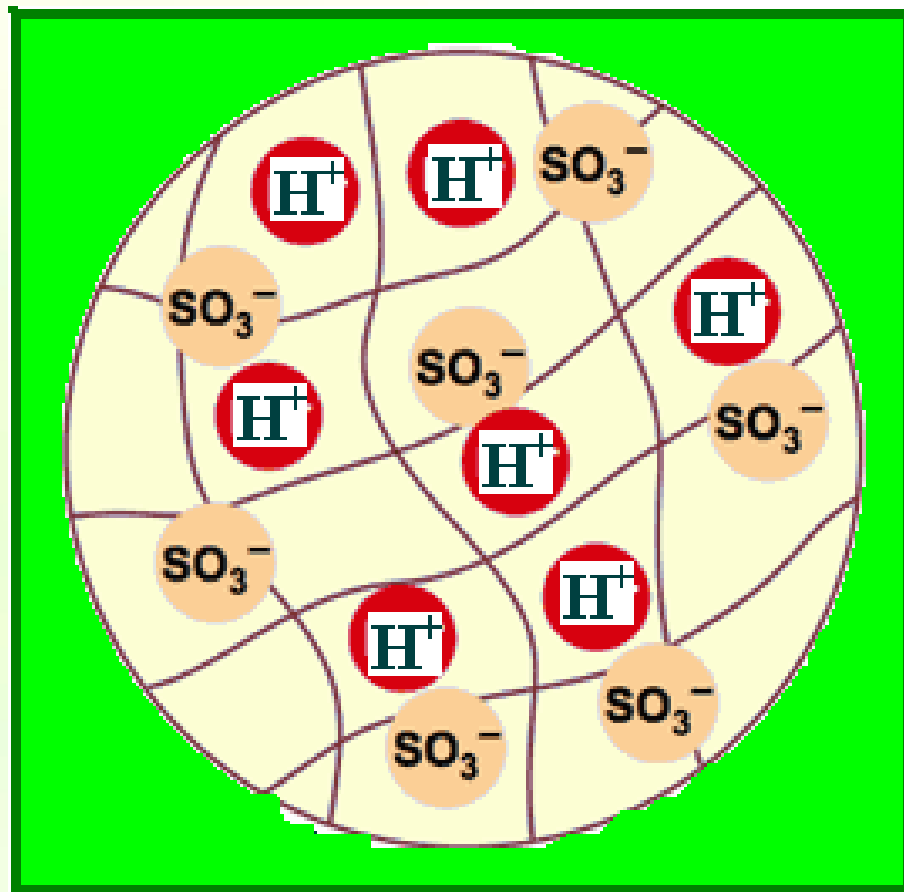
Склад = матриця (R)+ активні групи з рухливими іонами

Катіоніти містять кислотні групи різної сили:

сильнокислотні ($R-SO_3H$)

слабокислотні ($R-COOH$)

Перед аналізом
переводять
у H-форму



Процес
іонного обміну
-стехіометричний

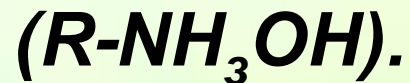


Аніоніти містять основні групи:

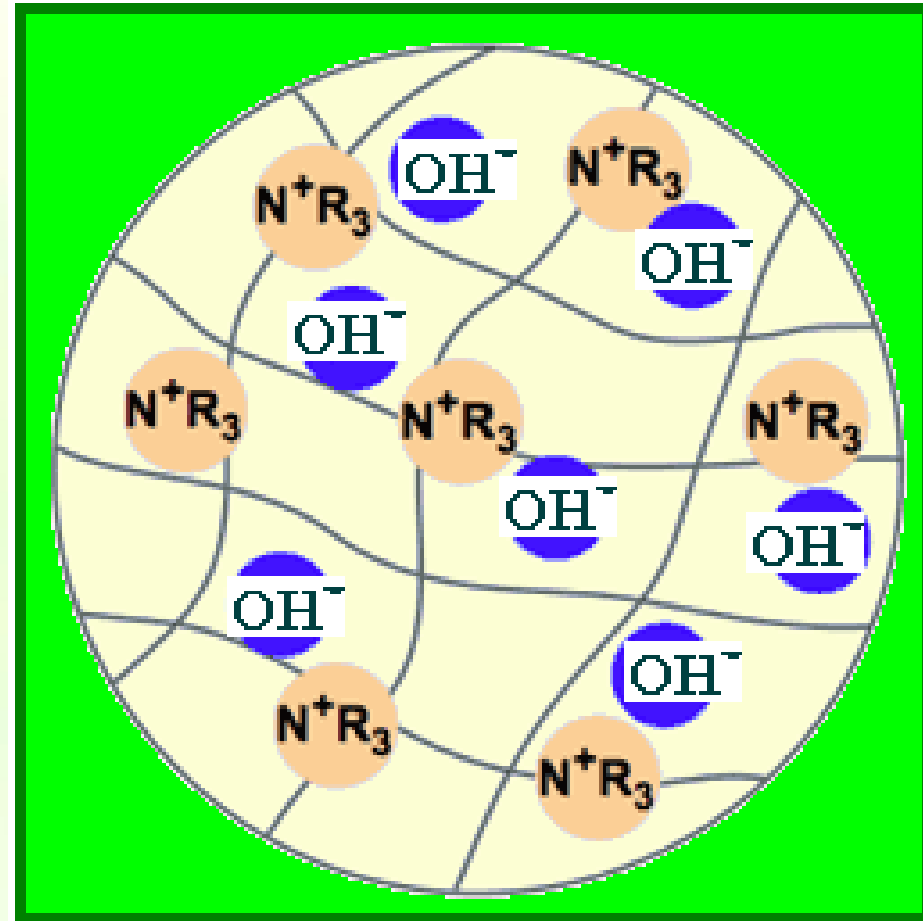
сильноосновні



слабкоосновні

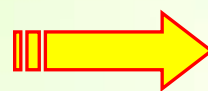
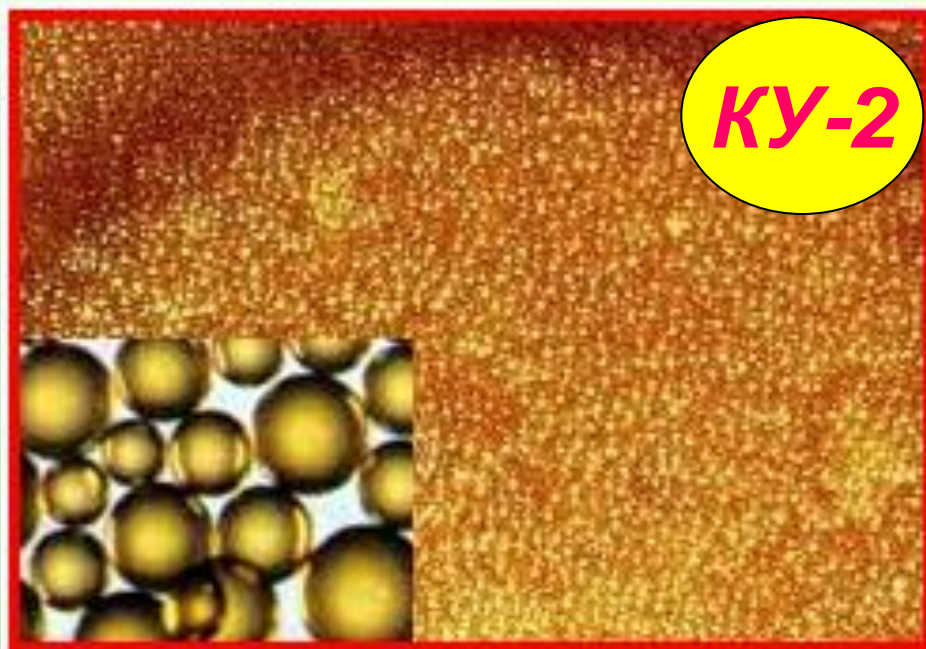


Перед аналізом
переводять
у OH^- -форму



Підготовка катіоніту до аналізу:

1. Замочують в розчині 0,1 М НСІ
2. Промивають дист. водою до нейтральної реакції за метил-оранжем
3. Тримують під шаром води без доступу повітря



ЕТАПИ ПРОВЕДЕННЯ АНАЛІЗУ

1. Заповнення колонки катіонітом в Н-формі
2. Промивання катіоніту до нейтральної реакції за м.-о
3. Пропускання аліквоти дослідженого розчину солі (1-2 краплі/сек)
4. Вимивання (елюювання) іонів H^+ з колонки, на які стехіометрично обмінялись іони металу
5. Титрування розчином лугу елюату та визначення концентрації кислоти за рівнянням титриметрії

$$C(\text{кислоти}) = C(\text{солі})$$

СФЕРИ ВИКОРИСТАННЯ ІОНООБМІННОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

1. Розділення :

- Фенолів
- Карбонових кислот
- Аміносахарів
- Пуринових, піримідинових та інших основ

2. Очищення від домішок

3. Розділення складних сумішей на менш складні

4. Аналіз солей на вміст основної речовини

5. Концентрування розбавлених розчинів

6. Добування очищеної (знесоленої) води