

Андреева А.В., Неупокоева Е.В. Важность тонкослойной хроматографии при проведении органического синтеза // Академия педагогических идей «Новация». Серия: Студенческий научный вестник. – 2017. – № 04 (апрель). – АРТ 68-эл. – 0,2 п.л. - URL: <http://akademnova.ru/page/875550>

РУБРИКА: ХИМИЧЕСКИЕ НАУКИ

УДК 54.061

Андреева Анастасия Викторовна

студентка 3 курса, факультет Химических технологий
ФГБОУ ВПО «Сибирский государственный аэрокосмический университет
им. М.Ф.Решетнева»

г. Красноярск, Российская Федерация

e-mail: Anastasiya-an-96@mail.ru

Неупокоева Екатерина Владиславовна

студентка 3 курса, факультет Химических технологий
ФГБОУ ВПО «Сибирский государственный аэрокосмический университет
им. М.Ф. Решетнева»

г. Красноярск, Российская Федерация

e-mail: katya-neupokoeva@mail.ru

**ВАЖНОСТЬ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ПРИ
ПРОВЕДЕНИИ ОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА**

Аннотация: В статье рассмотрено применение ТСХ в процессе синтеза новых органических веществ.

Ключевые слова: Тонкослойная хроматография, синтез, сорбент

Andreeva Anastasia Viktorovna

3rd year student, Faculty of Chemical Technology
VPO "Siberian State Aerospace University M. F. Reshetnev "
Krasnoyarsk, Russian Federation
e-mail: Anastasiya-an-96@mail.ru

Neupokoyeva Ekaterina Vladislavovna

3rd year student, Faculty of Chemical Technology
VPO "Siberian State Aerospace University M. F. Reshetnev "
Krasnoyarsk, Russian Federation
e-mail: katya-neupokoeva@mail.ru

**THE IMPORTANCE OF THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY IN
CONDUCTING ORGANIC SYNTHESIS**

Abstract: The application of TLC in the synthesis of new organic substances is considered in the article.

Keywords: Thin layer chromatography, synthesis, sorbent

При получении новых, ранее неизвестных соединений, в процессе синтеза необходимо качественно и количественно оценивать состав реакционной массы. Также необходимо после проведения реакции установить чистоту получившихся веществ. В качественном и полуколичественном анализе сложных природных, фармацевтических, медикобиологических и химических объектов занимает одно из ведущих мест тонкослойная (планарная) хроматография.

Среди других хроматографических методов планарную хроматографию отличают следующие достоинства и особенности:

– это единственный хроматографический метод, позволяющий проводить полный анализ неизвестной смеси, поскольку исследователь

имеет возможность проверить, не остались ли на старте неэлюированные компоненты;

– по производительности превосходит газовую и высокоэффективную жидкостную хроматографию, по крайней мере, на порядок; использует более простое и дешевое оборудование;

– обладает высокой селективностью, которую легко варьировать, подбирая состав подвижной фазы; нет ограничений в выборе растворителей;

– дает возможность одновременного разделения нескольких образцов; использования однократного или многократного элюирования (при различных условиях), а также одновременного разделения компонентов одного и того же образца с помощью различных элюентов;

– возможна оптимизация разрешающей способности хроматографической системы при разделении сложной смеси только для интересующих компонентов, что позволяет экономить время;

– полученные результаты разделения легко оценить визуально;

– можно сохранять хроматограммы для последующего детектирования и осуществлять спектральную идентификацию хроматографических зон после разделения в любом диапазоне длин волн, включая ИК.

У тонкослойной хроматографии есть и некоторые недостатки:

– ограниченная разделяющая способность из-за сравнительно небольшой длины разделяющей зоны (3-10 см);

– зависимость результатов анализа от окружающей среды: относительной влажности, температуры, а также наличия загрязняющих веществ в воздухе; – трудности в работе с образцами, имеющими высокую летучесть, а также с веществами, чувствительными к действию кислорода воздуха или света. Классическая, наиболее простая и широко используемая

методика тонкослойной хроматографии включает проведение следующих основных операций:

- 1) нанесение анализируемой пробы на слой сорбента;
- 2) разделение компонентов пробы на отдельные зоны в потоке подвижной фазы;
- 3) обнаружение зон на слое сорбента;
- 4) количественная оценка полученного разделения, включая определение величины удерживания и определение содержания вещества в зонах на хроматограмме.

В качестве сорбентов в ТСХ применяют материалы, которые отвечают следующим требованиям:

- образуют химически и физически стабильные слои;
- не образуют ковалентных связей с разделяемыми веществами;
- не растворяются в подвижной фазе или перемещаются вместе с ней по пластинке;
- не содержат компонентов, мешающих разделению или детектированию;
- не имеют собственной окраски;
- не набухают и не сжимаются под действием подвижной фазы.

В качестве подложки для сорбента используется стекло, алюминиевая фольга, полимерные пленки (полиэтилентерефталат). Для придания стабильности слоя сорбента на подложке используются различные связующие вещества: гипс (5-10%), силиказоль, силикаты щелочных металлов, полиакриламид, полиакриловый эфир, крахмал. К адсорбенту часто добавляют флуоресцентный индикатор для детектирования веществ,

поглощающих в УФ-области спектра. С этой целью используют: смесь силикатов цинка и магния; смесь сульфидов цинка и кадмия; вольфраматы щелочноземельных элементов.

Основные типы сорбентов, используемых в ТСХ, описаны ниже.

- Силикагель – полярный адсорбент, содержит активные силанольные и силоксановые группы, его применяют для разделения соединений различной полярности.
- Оксид алюминия – полярный адсорбент с гетерогенной поверхностью, содержит активные ОН-группы, обладает заметно выраженными протоноакцепторными свойствами; его применяют для разделения ароматических углеводов, алкалоидов, хлоруглеводородов, стероидов Флоросил – основной силикат магния, занимает промежуточное положение между оксидом алюминия и силикагелем; удобен для разделения флаваноидов, стероидов и ацетилированных углеводов
- Полиамиды – группа полярных сорбентов со смешанным механизмом разделения: карбоксамидная группа ответственна за адсорбционный механизм, метиленовые звенья – за распределительный механизм. Эти сорбенты применяют для разделения пищевых красителей, флаваноидов, танинов, нитрофенолов, спиртов, кислот. Модифицированные силикагели с привитыми группами (амино, циано, диол-, С2-, С8-, С18-), отличными по полярности.

Растворители, применяемые в тонкослойной хроматографии, должны быть чистыми и осушенными. Смеси веществ могут разделяться с помощью одного растворителя, однако обычно применяют системы, состоящие из двух, трех и даже четырех растворителей. Выбор растворителей

определяется их элюирующей способностью, которая зависит от полярности растворителя, а также его протонодонорных и протоноакцепторных свойств.

Пробы испытуемых веществ массой от 0,1 до 50 мкг, наносят на пластинку в виде растворов в эфире, хлороформе или другом летучем растворителе. Природа растворителя может влиять на размер пятна наносимой пробы. При нанесении пробы необходимо, чтобы: растворитель легко удалялся со стартовой зоны, и растворимость анализируемых веществ была бы не менее 0,01 г/мл. Природа растворителя может влиять на размер пятна наносимой пробы. При нанесении пробы необходимо, чтобы: растворитель легко удалялся со стартовой зоны, и растворимость анализируемых веществ была бы не менее 0,01 г/мл.

Данный метод предварительной оценки состава вещества имеет широкий спектр применения в нашей лабораторной практике, где в качестве сорбента в ТСХ используется силикагель. Например, при ацилировании замещенного аминопиразола конец реакции определяется по сравнению результатов ТСХ исходного соединения с синтезируемым (по исчезновению пятна исходного вещества).

Список использованной литературы:

1. Кирхнер Ю. Тонкослойная хроматография, Том 1 - М.: Мир, 1981. — 616 с.
2. Дмитриевич И.Н., Пругло Г.Ф., Федорова О.В., Комиссаренков А.А. Физико-химические методы анализа. Ч.III. Хроматографические методы анализа: учебное пособие для студентов заочной формы обучения.- СПб.: 2014.-53с.

Дата поступления в редакцию: 15.03.2017 г.

Опубликовано: 17.04.2017 г.

© Академия педагогических идей «Новация». Серия «Студенческий научный вестник», электронный журнал, 2017

© Андреева А.В., Неупокоева Е.В., 2017

Всероссийское СМИ

«Академия педагогических идей «НОВАЦИЯ»

Свидетельство о регистрации Эл №ФС 77-62011 от 05.06.2015 г.

(выдано Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций)

Сайт: akademnova.ru

e-mail: akademnova@mail.ru