

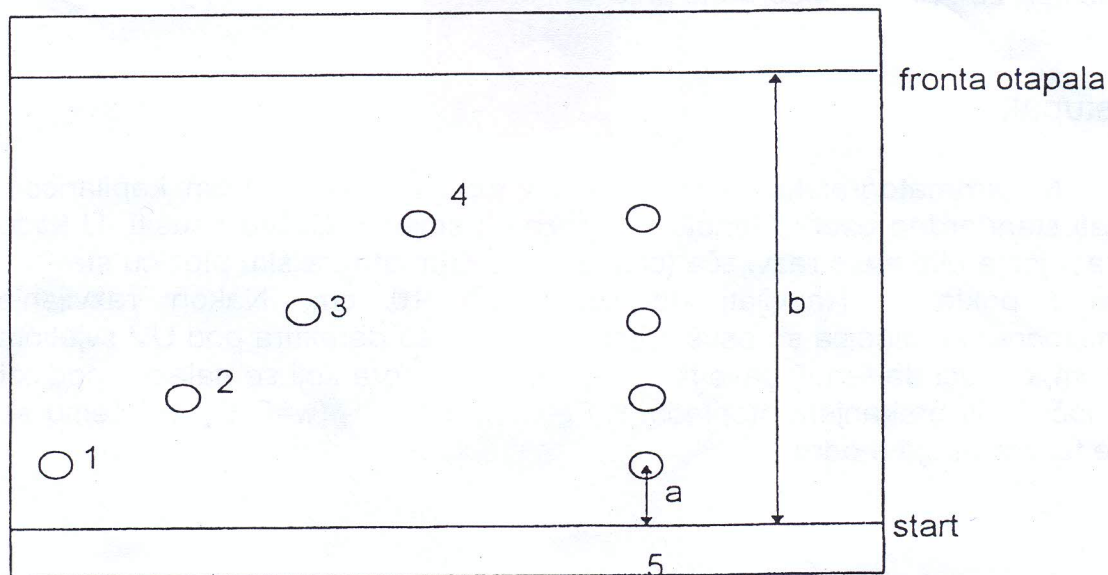
RAZDVAJANJE SMJESE FENOLA TANKOSLOJNOM KROMATOGRAFIJOM

Tankoslojna kromatografija jedna je od tehnika tekućinske kromatografije. Svoju široku primjenu nalazi pri razdvajanju i dokazivanju niza anorganskih i organskih spojeva. Vrlo je jednostavna za izvedbu. Kao i u ostalim kromatografskim tehnikama postoje dvije faze: pokretna i nepokretna. Pokretna faza je obično smjesa otapala, a nepokretna je tanak sloj sorbensa nanešen na staklenu ploču. Uzorak se prilikom razvijanja kromatograma uravnotežuje između te dvije faze zavisno o topljivosti u razvijaju s jedne strane i privlačnim silama između određivanog spoja i kromatografske podloge. Tako će se spojevi različitih svojstava različito ponašati u istom kromatografskom sustavu, što omogućuje njihovo razdvajanje.

Određivanje R_F -vrijednosti

R_F -vrijednost karakteristika je pojedinog spoja u definiranim uvjetima rada, a određuje se takko da se izračuna omjer puta koji je prevalio ispitivani spoj i puta otapala, odnosno prema formuli:

$$R_F = a/b$$



Na slici je prikazan kromatogram 4 standardnih uzoraka i to :

1. hidrokinon
2. p-nitrofenol
3. m-nitrofenol
4. fenol

5. uzorak koji se ispituje (u ovom slučaju on sadrži svi pet standardnih komponenti).

Usporedbom R_F -vrijednosti uzorka nepoznatog sastava s R_F -vrijednost poznatog uzorka, može se doći do zaključka o sastavu nepoznatog uzorka.

R_F -vrijednosti ispitivanih fenola su prikazane u tablici:

SPOJ	R_F -VRIJEDNOST	DETEKCIJA UV 254 nm	DETEKCIJA $K_3Fe(CN)_6 + FeCl_3$
hidrokinon	0.27	da	plava mrlja
p-nitrofenol	0.44	da	-
m-nitrofenol	0.50	da	-
fenol	0.66	da	plava mrlja

Laboratorijski pribor

Nepokretna faza: silanizirani silikagel 60 F₂₅₄

Pokretna faza: n-heksan / aceton = 75 / 25

Standardni uzorci fenola: m-nitrofenol, fenol, p-nitrofenol, hidrokinon, aminoofenol, svi koncentracije 1g/l otopine u vodi.

Otopina za detekciju: $K_3Fe(CN)_6 + FeCl_3$ (w=5 %) pomješano u omjeru 1:1
UV lampa 254 nm - neposredno prije prskanja.

Postupak

Na kromatografsku ploču, 2cm od ruba pločice, malom kapilaricom kapati standardne uzorke fenola i nepoznatu smjesu. Dobro osušiti. U kadu za razvijanje uliti malo razvijача (cca. 20 ml). Kromatografsku pločicu staviti u kadu i poklopiti. Razvijati do visine od 10 cm. Nakon razvijanja kromatografska pločica se osuši. Kromatogram se detektira pod UV svjetlom 254 nm, budući da fenoli gase florescenciju indikatora koji se nalazi u podlozi na pločici, ili prskanjem otopinom $K_3Fe(CN)_6 + FeCl_3$ (w=5 %), pri čemu se mrlje fenola oboje modro.

Pisanje referata

Referat mora sadržavati rezultate ispitivanja i to nacrtanu razvijenu i detektiranu kromatografsku pločicu (vidi sliku), izračunate R_F -vrijednosti za svaki pojedini standardni uzorak i nepoznati uzorak, te zaključak od kojih komponenata se sastoji nepoznati uzorak.