

ج- التحليل الكروماتوجرافي ذو الطبقة الرقيقة Thin layer chromatography

الأدوات التي تستخدم في TLC ألواح زجاجية ، سليكاجيل – Spreader tray spreader ،
plateholder .

أنواع السليكا جيل

- Silica gel H : - سليكا جيل ذو حبيبات دقيقة بدون كبريتات كالسيوم.
- Silica gel G : - تحتوى على 13 % كبريتات كالسيوم.
- Silica gel GF : - سليكاجيل مضاف إليها دليل فلورة.
- Silica gel R : - تحتوى على 5% كبريتات كالسيوم.
- Silica gel D5 : - سليكاجيل D-5 مضاف إليها دليل غير عضوى مقلور.
- Silica gel DF-5 : - سليكاجيل تحتوى على النشا كمادة لاصقة.

* ملحوظة:

تتحكم أقطار جزيئات المادة الإدمصاصية في كفاءة الفصل فمثلا طبقات الجزيئات في السليكاجيل ذات قطر يتراوح بين 1-5 ميكرون يؤدي إلى فصل مناسب بينما الجزيئات الكبيرة تؤدي إلى تحرك المذيب بسرعة كبيرة وظهور بقع كبيرة جدا في الحجم نتيجة للانتشار الجانبي العالى وقلة مقدرتها على الإدمصاص.

* طريقة الفصل والتحليل :

هذا النظام من التحليل الكروماتوجرافي تابع لتحليل الكروماتوجرافيا الادمصاص ويعتبر النظام الثابت Stationary phase عبارة عن مادة إدمصاص مثل ثاني أكسيد الألومونيوم أو السليكاجيل مخلوط بمادة لاصقة يتم فرد مادة الادمصاص على طبقة رقيقة على شريحة زجاجية مقاس 20 × 25 سم.

أما النظام المتحرك mobile phase عبارة عن مذيب مناسب أو مخلوط من المذيبات المناسبة قبل استعمال الشرائح يتم وضعها في فرن للتخلص من الرطوبة ولتنشيط مادة الادمصاص . ثم يتم وضع العينة المراد فصلها بواسطة أنبوبة شعرية دقيقة على هيئة بقع وعلى أحد أطراف الشريحة يوضع خط ويسمى بنقطة البداية على بعد 2 سم وقبل انتهاء الشريحة بمسافة 2 سم يوضع خط يسمى بخط النهاية.

تغمس الشرائح الزجاجية في حوض يحتوي على المذيب أو مخلوط من المذيبات ويقفل الحوض جيدا وبعد سريان المذيب حتى خط النهاية تخرج الشرائح وتجفف تحضير طبقات رقيقة ذات سمك واحد من السليكاجيل :

توجد عدة طرق لعمل الطبقات:

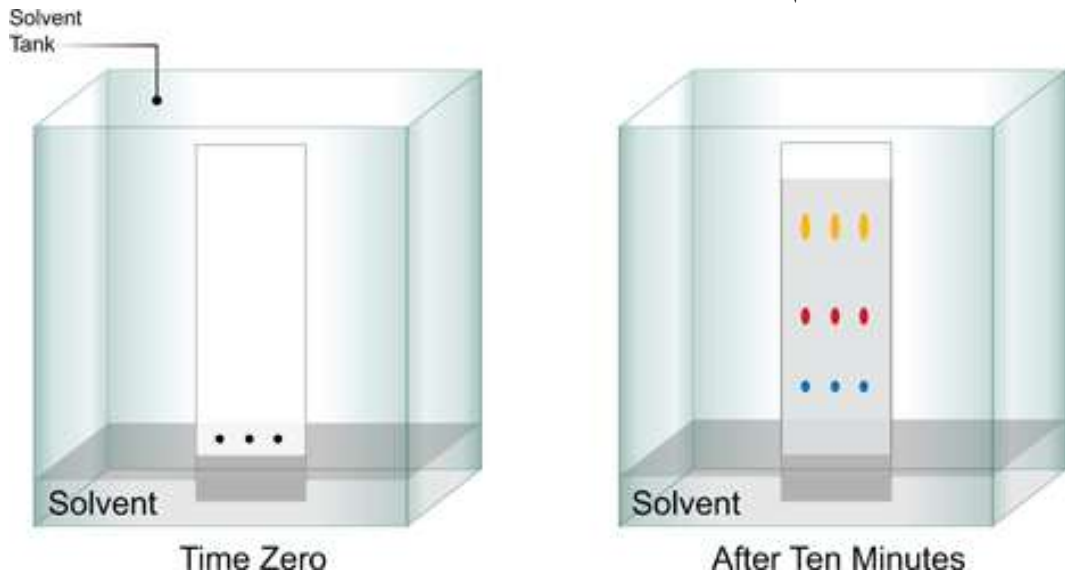
- (1) طريقة الصب
- (2) طريقة الغمر
- (3) طريقة الفرد
- (4) طريقة الرش

التعرف أو الكشف على أماكن الفصل.

ترش الشرائح بجواهر كشافة لظهور مواضع المركبات المختلفة وقياس المسافة التي سارها المذيب والمسافة التي سارها مكونات العينة يمكن حساب RF .

* التقدير الكمي بعد الاستخلاص :

نقشط كل منطقة Zone وتوضع في أنبوبة زجاجية وتذاب في مذيب مناسب وترشح للتخلص من مادة الادمصاص ثم يجرى عليها التقديرات الكمية الآتية .



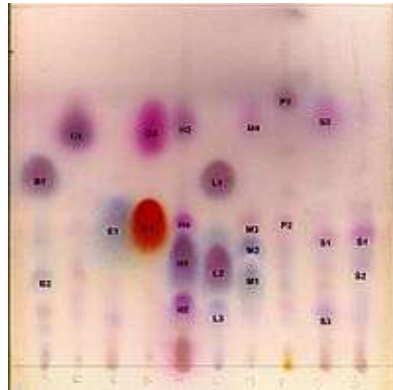
- * استخدام الأشعة فوق بنفسجية UV
- * استخدام جواهر كشافه وقياس الكثافة الضوئية باستخدام Spectrophotometer .
- * التقدير الكمي على الورق أو اللوح :

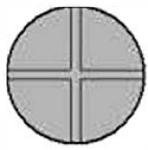
توجد عدة طرق وهي

- 1) المقارنة البصرية
- 2) التقدير بواسطة حساب مساحة البقع
- 3) تقدير النفاذية للبقع الملونة أو المكربنة أو التي تمتص الأشعة فوق البنفسجية.

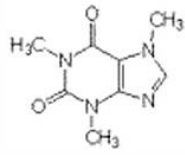
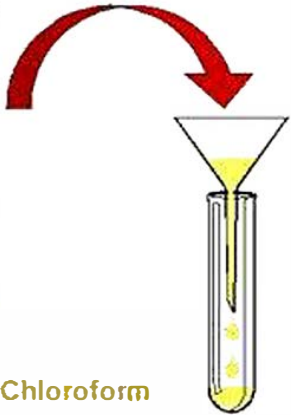
* مميزات TLC عن Paper Chromatography

- 1) الوقت الذي يأخذ الفصل بواسطة TLC قصير جدا حيث لا يحتاج أكثر من نصف ساعة وبسيطة في حين أن الوقت الذي يأخذ Paper طويل يتراوح من 16 - 24 ساعة .
 - 2) تكون البقع مندمجة Compact والفصل ممتاز .
 - 3) تستعمل مواد ادمصاصية كثيرة منها مواد عضوية مثل السيليلوز أو السيليلوز المحور أو غير عضوية مثل السليكاجيل أو الالومنيا . في حيث أن Paper يكون يعتمد فقط على الطبقة الرقيقة من السيليلوز .
 - 4) تستعمل كميات قليلة من المواد المراد تحليلها كما إنها تستخلص كل مكونات العينة .
 - 5) تستعمل مواد لتعيين موضع المركبات المفصولة مثل حمض الكبريتيك وترش على السليكاجيل أو الومنيوم دون أن تتأثر على العكس من التحليل الكروماتوجرافي الورقي .
- * حجم المذيب الذي يستخدم في عمل Slurry = 2.5 × عدد الألواح × سمك اللوح (سم) × بعد اللوح (سم).
- * النسبة بين الماء والسليكاجيل = 2 : 1
- * السليكاجيل تحتوى على كبريتات كالسيوم بنسبة 10% من وزنها.

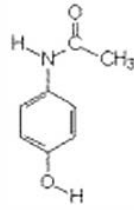




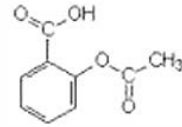
Chloroform



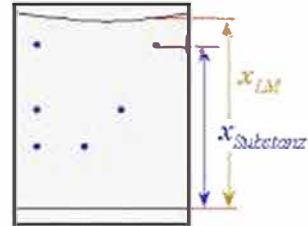
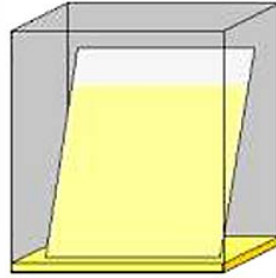
Coffein



Paracetamol



Acetylsalicylsäure



$$R_f = \frac{x_{\text{Substanz}}}{x_{\text{LM}}}$$