كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة

Thin Layer Chromatography (TLC)

مبدأ الفصل على طبقة رقيقة

-تمتاز كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة عن بقية طرائق الكروماتوغرافيا بأنها تنجز على سطح مستو وليس ضمن عمود.

-تستخدم كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة في التحليل الكيفي بشكل أساسي بينما قد تستخدم بشكل نادر في التحليل الكمي.

-يكون الطور الثابت في هذه الطريقة مادة صلبة ذات طبيعة ادمصاصية تفرش بشكل طبقة رقيقة على صفيحة من الزجاج أوالألمنيوم.

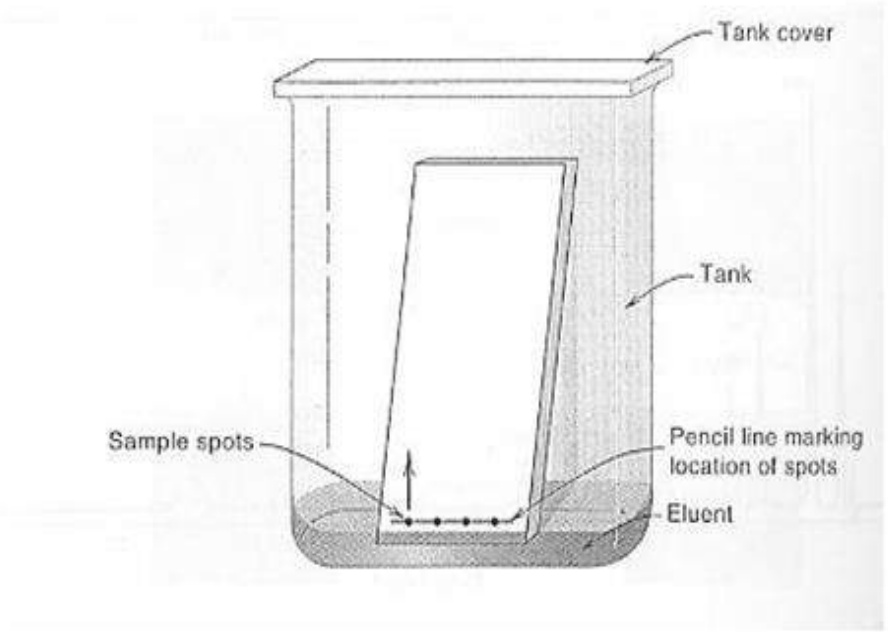
- توضع العينة والشواهد بشكل بقع أسفل الصفيحة ثم توضع الصفيحة في حوض يحوي الطور المتحرك فيصعد هذا الطور على الصفيحة بتأثير الخاصة الشعرية وتهاجر معه مكونات العينة مسافات مختلفة حسب تثبتها على الطور الثابت بالادمصاص وانحلاليتها في الطور المتحرك.

- تهاجر المركبات مع الطور المتحرك لمسافة محددة وتتميز هجرة المادة على الصفيحة بمعامل الهجرة R_f الذي يعطى بالعلاقة التالية:

$$R_f = \frac{\text{distance solute moves}}{\text{distance mobile phase front moves}}$$

إجراء الفصل على الطبقة الرقيقة

يبين الشكل التالي الحوض (Chamber) الذي يستخدم في الفصل على الطبقة الرقيقة:



-يرسم خطاً مستقيماً بقلم رصاص على بعد بضعة سنتيمترات من أسفل صفيحة الفصل. ثم توضع بقع العينة والشواهد بوساطة أنبوب شعري على هذا الخط.

- يجب أن تكون البقع أصغر مايمكن للحصول على أفضل فصل وأقل تذييل

- توضع بعدها صفيحة الفصل في الحوض الحاوي على الطور المتحرك والمغطى بشكل كامل.

- نتابع هجرة الطور المتحرك على الصفيحة وقبل وصوله لنهاية الصفيحة بحوالي 2 سم نخرج الصفيحة من الحوض ونقوم بتجفيفها ليتم فيما بعد تحري نتائج الفصل.

كشف البقع المفصولة Detection of the spots

-إذا كانت البقع ملونة تكشف بالعين المجردة بعد مقارنة ال R_f للمادة المفصولة مع ال R_f للشواهد وإذا كانت متألقة تكشف البقع بفحص تألقها بالأشعة فوق البنفسجية.

- إذا لم تكن البقع ملونة نرذ الصفيحة بكاشف يشكل معقداً ملوناً مع المواد المفصولة.

- إذا لم تكن البقع ملونة ولايمكن تشكيل لوناً منها برذها بكاشف نرذ الصفيحة بحلالة اليود حيث يستطيع اليود تلوين البقع إما بحلها كيميائياً أو بأكسدتها.

- إذا لم يكن كل ماسبق ممكناً نستخدم أطوار ثابتة مضاف لها صباغ متألق فبتعريض الصفيحة للأشعة فوق البنفسجية تظهر الصفيحة متألقة وينطفأ التألق في أماكن وجود البقع فتظهر بشكل دوائر عاتمة.

الأطوار الثابتة المستخدمة في كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة
Stationary phases for TLC

-الأطوار الثابتة المستخدمة في ال TLC هي مساحيق ناعمة لمواد صلبة ذات طبيعة ادمصاصية تبلغ أبعاد حبيباتها 10-50µm تستطيع تثبيت المواد المفصولة بروابط الكهرباء الساكنة.

- أكثر المواد شيوعاً في الاستخدام كأطوار ثابتة في كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة:

- السيليكا silica
- الألومين alumina
- السيللوز cellulose

- فيما يلي أهم المواد المستخدمة كمواد ذات طبيعة ادمصاصية حسب تزايد قطبيتها

المواد الادمصاصية ADSORBANTS

- **صفات المواد الادمصاصية وخواصها:**

هنالك الكثير من المركبات الكيميائية ذات طبائع مختلفة ويمكن استخدامها كمواد ادمصاصية شرط أن تتمتع بخواص معينة:

- 1- عدم قابليتها للانحلال :

يجب أن تكون هذه الصفة مطلقة بالنسبة إلى المحلات المستعملة كأطوار

- 2- أن تتمتع بسطح نوعي كبير:

يقصد بالسطح النوعي السطح الذي توفره واحدة الوزن من المادة المازة وهذا تابع لأبعاد حبيبات المسحوق ومسامية المادة، كما يفضل دائماً الحصول على سطح تماس كبير مما يسمح بتثبيت جيد للمادة ومن ثم عملية فصل جيدة.

3- طبيعة المادة الادمصاصية

تتمتع المواد الادمصاصية بطبائع مختلفة فمنها المواد الادمصاصية المعدنية ومنها الفحم الفعال النباتي أو الفحم الفعال الحيواني، ومنها ما يكون على شكل أملاح مثل فوسفات وكربونات الكالسيوم إلخ...

- **تصنيف المركبات الادمصاصية حسب قدرتها الادمصاصية:**

يمكن تقسيم المركبات المازة إلى ثلاث زمر رئيسة وذلك حسب قدرتها الادمصاصية:

ضعيفة القدرة الادمصاصية مثل: السكاروز، النشاء، التالك, السللوز

متوسطة القدرة الادمصاصية مثل: فوسفات الكالسيوم، كربونات الكالسيوم، فحمات الماغنزيوم، كبريتات الماغنزيوم.

عالية القدرة الادمصاصية مثل: الألومين (Al_2o_3,nH_2O) ، الفلوريدين Floredine (وهو سيليكات الألومنيوم المائية)، السيليكا، الفحم الفعال

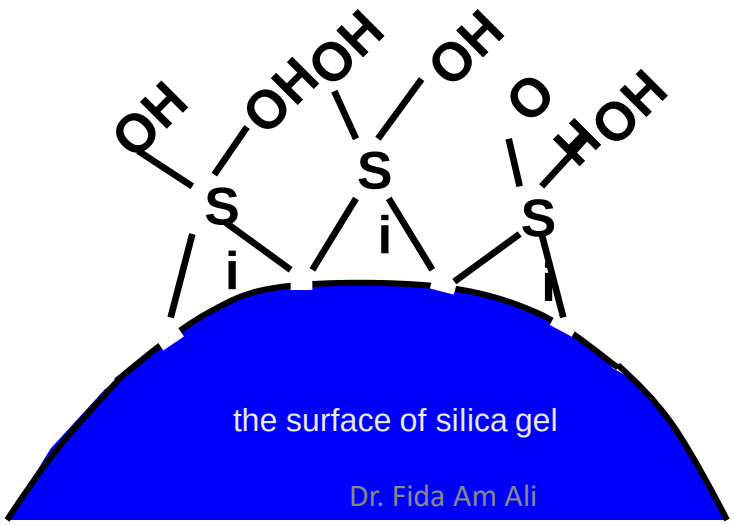
كما تصنف أشهر المركبات الادمصاصية حسب تزايد قدرتها الادمصاصية كما يلي وباتجاه السهم:

- سكاروز
- سيلولوز
- نشاء
- تالك
- كربونات الكالسيوم
- كبريتات الكالسيوم
- فسفات الكالسيوم
- كربونات الماغنزيوم(الفلوريزيل Floresil)
- أوكسيد الكالسيوم
-الفلوريدين (سيليكات الألمنيوم المائية)
- السيليكا
- الفحم الفعال
- أوكسيد الماغنزيوم
- الألومين

-يتمتع الألومين بقطبية عالية تعود إلى مجموعات الأوكسجين الموجودة في بنيته غير أن هذه القطبية العالية قد تجعله يحتفظ بالمواد القطبية ويمنعها من الهجرة مع الطور المتحرك. لذا يفضل إضعاف قطبيته بمهاملته بالغول وأحيانا بحمض الخل. أما إذا لم يتم إضعاف قطبيته فيفضل استخدامه لفصل المواد ضعيفة القطبية .

- تعد السيليكا مادة قطبية وتعزى قطبيتها إلى مجموعات السيلانول

(Si-OH)الموجودة في بنيته والتي تشكل روابط هيدروجينية وروابط تجاذب كهربائي مع المركبات القطبية.



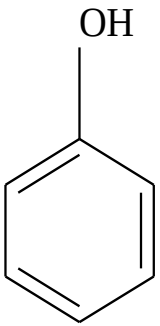
- يمكن للماء أن يدمص على سطح السيليكا فيمنع المواد القطبية من الارتباط معها ويبطل فعاليتها كمادة ذات طبيعة ادمصاصية لذا يجب تجفيف الصفائح لإعادة تفعيل القدرة الادمصاصية للسيليكا.

الأطوار المتحركة المستخدمة في كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة
Mobile Phases for TLC

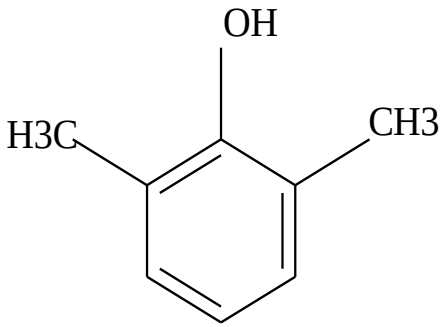
- يمكن أن يكون الطور المتحرك المستخدم في كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة مكوناً من محل واحد أو مزيج محلين أو ثلاثة محلات على أعلى تقدير

- لايفضل مزج المحلات في حال وجد محل واحد يقوم بعملية الفصل لأن مزج المحلات يمكن أن يؤدي إلى هجرة المحلات بسرعات مختلفة فتنفصل عن بعضها مما يؤدي لتغيير تركيب الطور المتحرك وفشل عملية الفصل.

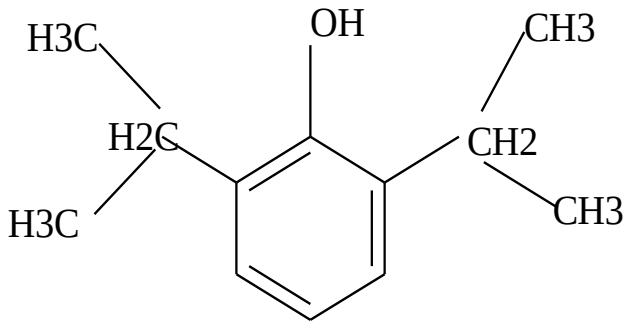
ـلفصل المواد الثلاث التالية على طبقة رقيقة استخدمنا السيللوز كطور ثابت والأسيتونتريل كطور متحرك ماهي نتائج الفصل المتوقعة؟



I



II



III

A , B , C ثلاثة مركبات سيتم فصلها على طبقة رقيقة من السيليكا وباستخدام التولوين كطور متحرك. حيث:

A = مركب أميني B = استر C = حمض كاربوكسيلي.

ماهي نتائج الفصل المتوقعة؟