

4. Планарная (тонкослойная) хроматография

Тонкослойная (планарная) хроматография занимает одно из ведущих мест в качественном и полуколичественном анализе сложных природных, фармацевтических, медикобиологических и химических объектов. 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 незлюированные 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; в отличие от ВЭЖХ 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;

- возможно детектирование соединений с высокой чувствительностью и селективностью, которые легко варьировать подбором проявляющего реагента; 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 планарной хроматографии есть и некоторые недостатки:

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

– чувствительность ниже, чем в случае ВЭЖХ;

– 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 (часто реагентом, образующим с разделенными веществами окрашенные соединения);
- 4) количественная оценка полученного разделения, включая определение величины удерживания и определение содержания вещества в зонах на хроматограмме.

Положение зоны вещества на хроматограмме характеризуется величиной R_f , которая равна отношению расстояния от стартовой линии до центра зоны вещества к расстоянию от стартовой линии до линии фронта. Значение R_f – величина постоянная для данного соединения в данной

системе и зависит от ряда условий: способа элюирования, качества и активности сорбента, толщины слоя, качества растворителей, количества нанесенного вещества, длины пробега растворителей, положения стартовой линии и почти не зависит от температуры. По этой величине проводят идентификацию компонентов в смеси.

На качество разделения компонентов смеси в планарной хроматографии влияет большое число факторов: тип разделительной камеры; предварительное насыщение камеры и слоя сорбента парами подвижной фазы; стартовый размер пятна; расстояние от старта до нижнего края пластинки; относительная влажность воздуха лабораторного помещения; средний диаметр частиц и их форма; толщина и равномерность нанесения слоя сорбента; наличие микроповреждений слоя; тип вещества, связывающего сорбент; скорость элюирования; объем растворителя в камере; наличие примесей в элюенте; конвекция в газовой фазе внутри камеры.

Для разделения смесей веществ в тонком слое сорбента применяют адсорбционную, распределительную и ионообменную хроматографию, отличающиеся, прежде всего характером взаимодействий между растворенными веществами и твердой или жидкой фазами, с которыми они соприкасаются. На практике эти взаимодействия почти никогда не протекают изолированно, и разделение веществ обусловлено несколькими взаимодействиями. При выборе подходящего варианта хроматографии в первую очередь следует обратить внимание на строение разделяемых веществ. При помощи адсорбционной и распределительной хроматографии разделяются вещества, строение которых различается природой, числом и характером полярных и неполярных заместителей. При хроматографировании в тонком слое сорбента чаще всего применяют адсорбционную хроматографию, которая проще по выполнению, более эффективна, а результаты анализа более воспроизводимы.

Сорбенты в тонкослойной хроматографии

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.

Большое значение, особенно для эффективности разделения, имеют такие характеристики сорбентов, как диаметр частиц, среднее распределение частиц по размерам и размер пор. В классической тонкослойной хроматографии для производства пластинок используются частицы с размером 5 – 20 мкм. Для высокоэффективной тонкослойной хроматографии (ВЭТСХ) необходим сорбент, диаметр частиц которого составляет 5 – 7 мкм. Сравнение характеристик пластинок для ТСХ и ВЭТСХ приведено в табл.22. Монолитные сорбенты представляют собой новое поколение стационарных фаз, которые могут быть использованы и в планарной хроматографии. Их получают прямой сополимеризацией

Таблица 22. Сравнение характеристик пластинок для классической (ТСХ) и высокоэффективной (ВЭТСХ) тонкослойной хроматографии.

Характеристики	ТСХ	ВЭТСХ
Средний размер частиц, мкм	5 – 20	5 – 7
Толщина слоя, мкм	250	100, 200
Количество проб	12	36 – 72
Длина пробега фронта растворителя, мм	100 – 150	30 – 50
Время разделения, мин	30 – 200	3 – 20
Количество растворителя, мл	50	5 – 10
Предел детектирования, нг		
поглощение	100 – 1000	10 – 100
флуоресценция	1 – 100	0,1 – 10

метакриловых полимеров, например, сополимера глицинметакрилата и этилендиметакрилата. Монолитные стационарные фазы не содержат частиц, а роль разделительного пространства выполняют поверхность и объем проточных каналов (пор). Макропористая структура монолитных сорбентов содержит как минимум два вида пор: макро- и мезопоры. Преимущества таких носителей заключаются в заметном повышении скорости и эффективности разделения, так как для них отсутствуют обычные диффузионные ограничения межфазного массообмена.

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 ацетилованных 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-, C₂-, C₈-, C₁₈-), отличными по полярности.

Важной характеристикой сорбента является его активность, она зависит от содержания воды и понижается при увеличении содержания воды в сорбенте.

Для успешного разделения смесей веществ большое значение имеет выбор сорбента. В первую очередь нужно исходить из свойств разделяемых соединений: их растворимости (гидрофильности, гидрофобности), содержания и характера функциональных групп. Насыщенные углеводороды адсорбируются слабо или совсем не адсорбируются на силикагелях и оксиде алюминия. Введение двойных связей, особенно сопряженных, увеличивает адсорбционную способность соединений.

Функциональные группы в еще большей степени усиливают способность веществ к адсорбции. Адсорбционная способность функциональных групп возрастает в следующем порядке: CH=CH < OCH₃ < COOR < C=O < CHO < SH < NH₂ < OH < COOH.

Подвижные фазы в тонкослойной хроматографии

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. Характеристика элюирующей способности наиболее важных для ТСХ растворителей приведена в табл.23. и 24. Для каждой новой пластинки систему растворителей следует готовить заново, так как в ней соотношение компонентов после хроматографирования изменяется.

Таблица 23. Значения силы растворителя для неполярных неподвижных фаз

Группа(по Снайдеру)	Растворитель	S_i
II	Вода	0
	Метанол	2,6
	2-Пропанол	3,9
III	Тетрагидрофуран	4,5
IV	Ацетонитрил	3,2

Существенную роль при разделении веществ с помощью тонкослойной хроматографии играет количество наносимой смеси, оно влияет и на величину R_f и на разрешение пятен. Пробы испытуемых веществ массой от 0,1 до 50 мкг, наносят на пластинку в виде растворов в эфире, хлороформе или другом летучем растворителе.

Таблица 24. Значения силы растворителя S_i для полярных неподвижных фаз

Группа(по Снайдеру)	Растворитель	S_i
I	<i>n</i> -Гексан	0
	<i>n</i> -Бутиловый эфир	2,1
	Изопропиловый эфир	2,4
	Метил- <i>трет</i> -бутиловый эфир	2,7
	Диэтиловый эфир	2,8
II		3,9
	1-Бутанол	3,9
	2-Пропанол	4,0
	1-Пропанол	4,3
	Этанол	5,1
III	Метанол	4,0
		4,0
	Тетрагидрофуран	5,3
	Пиридин	5,5
	Метоксиэтанол	6,4
IV	Диметилформамид	6,0
		6,0
	Ледяная уксусная кислота	9,6
V	Формаид	3,1
		3,1
	Дихлорметан	3,5
VI	1,2-Дихлорэтан	3,5
		4,4
	Этилацетат	4,7
VII	Метилэтилкетон	4,8
	Диоксан	5,1
	Ацетон	5,8
	Ацетонитрил	5,8
		2,4
VIII	Толуол	4,4
	Нитробензол	4,4
		4,1
VIII		4,1
	Хлороформ	6,0
	Нитрометан	10,2
	Вода	10,2

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.

Пробы наносят в виде точки или полоски длиной 5-7 мм при помощи капилляра, пипетки на 0,1 мл или микрошприца, предварительно отметив стартовую линию на расстоянии 1,5 см от края пластинки. Расстояние между отдельными пробами должно быть не менее 1 см. После этого ждут, когда растворитель испарится, затем пластинку опускают в разделительную камеру с выбранной подвижной фазой. В зависимости от того, в каком направлении поступает растворитель на пластинку, различают методы восходящей, нисходящей и горизонтальной хроматографии. На рис. 30 показаны различные методы элюирования в планарной хроматографии. Применение многоступенчатого и двумерного элюирования позволяет повысить селективность разделения за счет

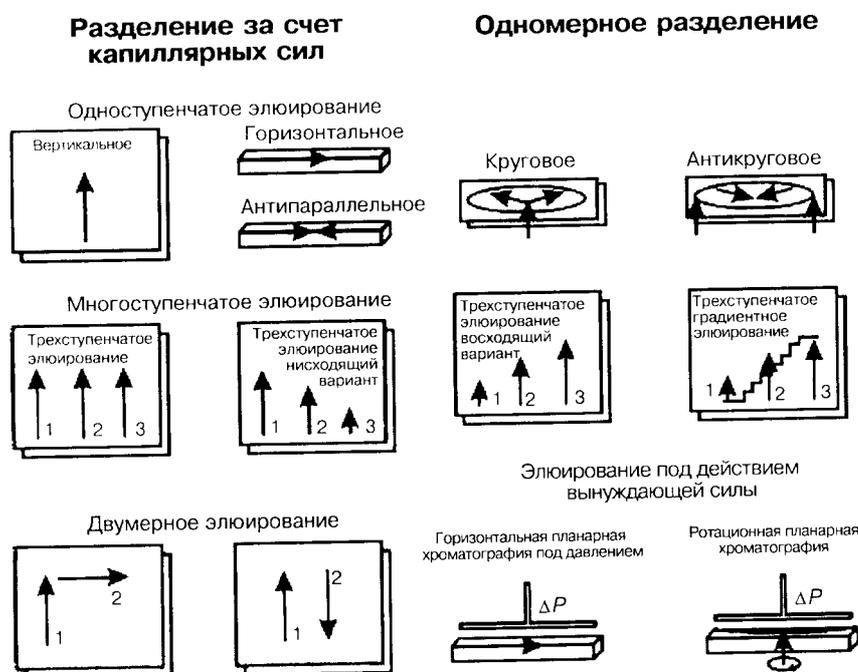


Рис. 30. Варианты элюирования компонентов в тонкослойной (планарной) хроматографии.

изменения элюирующей способности подвижной фазы. Однако во всех указанных способах не удастся исправить существенный недостаток ТСХ – низкую эффективность разделения, поскольку движение элюента осуществляется за счет капиллярных сил. Вариант планарной хроматографии с принудительным движением элюента (под давлением) позволяет существенно улучшить эффективность разделения. Это наглядно подтверждает пример разделения лекарственных веществ на адсорбенте – силикагель 60 при элюировании смесью н-бутанол–хлороформ–метилэтилкетон–уксусная кислота (25 : 17 : 8 : 6), показанный на рис. 31.

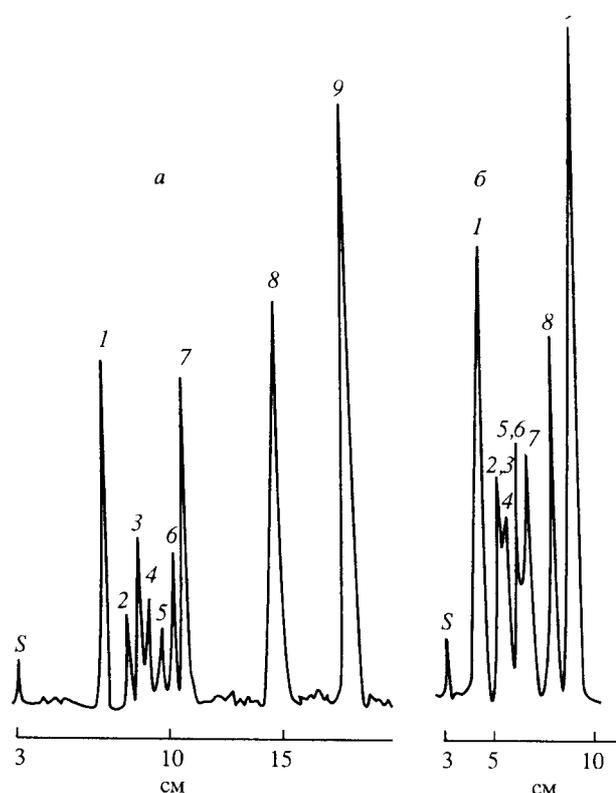


Рис. 31. Хроматограмма смеси: 1 – стрихнин; 2 – эфедрин; 3 – метамфетамин; 4 – фенметразин; 5 – метилфенидат; 6 – амфетамин; 7 – дезопинон; 8 – корамин; 9 – кофеин; S – старт. а – под давлением, б – при использовании обычной тонкослойной хроматографии.

Идентификация компонентов. После разделения веществ необходимо обнаружить их на хроматограмме. Для обнаружения бесцветных веществ, в первую очередь, следует воспользоваться физическими методами, основанными на поглощении света и флуоресценции. Для обнаружения веществ, поглощающих в УФ-области

спектра, часто применяют пластинки со слоем сорбента, содержащим флуоресцирующее вещество или опрыскивают хроматограмму после разделения смеси раствором флуоресцирующего вещества. При облучении пластинки УФ-излучением вещества, поглощающие в этой области спектра, обнаруживаются в виде темных зон (пятен). Флуоресцировать в УФ-свете способно значительное количество веществ, полученные пятна имеют при этом различный оттенок. Для обнаружения флуоресцирующих веществ или веществ, поглощающих в УФ-области спектра, используют источники света с максимумами излучения в области 254 и 365 мкм. Помимо оптических методов обнаружения веществ, применяют химические методы проявления хроматограмм. К химическим методам относится использование «универсальных реагентов» и реагентов, избирательно реагирующих с определенными функциональными группами определяемых соединений.

Для количественной оценки содержания вещества в хроматографических зонах используют различные методы:

1. *Определение с удалением хроматографической зоны с пластинки* можно проводить двояким образом: переносом хроматографической зоны вместе с сорбентом либо экстрагированием хроматографической зоны со слоя сорбента.

2. *Определение соединений непосредственно на пластинке* методом визуального сравнения размеров площадей пятен и их окраски с соответствующими параметрами пятен стандартных образцов

3. *Метод денситометрии*, повышающий точность результатов определения, основан на сканировании хроматограмм в видимом и УФ-свете с помощью «хроматографических спектрофотометров» – денситометров. Денситометры позволяют измерять поглощение света веществом на хроматограмме в режиме пропускания или отражения, а также флуоресценцию и ее тушение. Режим пропускания доступен, если

только исследуемое вещество имеет полосу поглощения в видимой области спектра. В УФ-области регистрацию в режиме пропускания осуществить нельзя из-за собственного поглощения силикагеля и подложки хроматограммы.

4. *Метод видеоденситометрии* – сравнительно новый метод для количественной обработки хроматограмм. Принцип метода заключается во введении изображения хроматограммы в компьютер с помощью видеокамеры или цифровой камеры с последующим сравнением интенсивностей пятен стандартных и определяемых соединений. Видеоденситометр включает осветительный блок, видеокамеру с платой видеоввода или сканер, персональный компьютер с установленной операционной системой Windows и соответствующим программным обеспечением. В России такие комплексы производят НТЦ «Ленхром» (г. С.-Петербург) – денситометр «ДенСкан-04» и «Сорбполимер» (г. Краснодар) – денситометр «Сорбфил». Программа обработки хроматографических данных позволяет выполнять следующие функции: вводить изображения хроматограмм и сохранять их с высоким качеством и разрешением; выделять на введенном изображении хроматограммы рабочий участок, на котором будет производиться дальнейшая обработка изображения; производить автоматический или ручной поиск пятен; проводить обработку пятен, переводить их в форму хроматографических пиков, рассчитывать значения R_f и площади пиков; измерять содержание вещества в анализируемых пятнах (в относительных единицах); вводить значения концентраций для построения градуировочных зависимостей: линейной интерполяцией; линейной аппроксимацией более чем , через две точки; квадратичной интерполяцией; автоматически вычислять содержание вещества в анализируемых пятнах по введенным калибровочным значениям; представлять результаты в виде печатных документов.

Количественную обработку пятна в видеоденситометрии проводят по двум характеристикам: по площади пятна и его «объему» в пространстве, при этом в качестве третьей координаты используют яркость (интенсивность окраски пятна) (рис. 32).

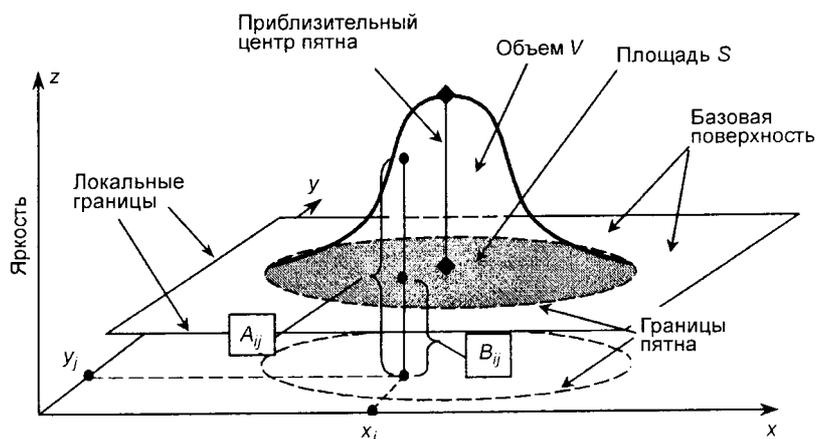


Рис. 32. Вид пространственного распределения яркости в области пятна: $A_{i,j}$ – значение уровня яркости точки пятна; $B_{i,j}$ – значение уровня яркости точки на базовой поверхности.

5. *Денситометрия с планшетным сканером* с программным обеспечением для обработки хроматограмм практически не отличающимся от стандартных программ, применяемых для видеоденситометров, но существенно меньшей стоимости. При этом сканирование дает более четкое изображение хроматографических зон, что можно объяснить пониженным влиянием неравномерности освещения анализируемых объектов, чем в случае видеоденситометра (рис. 33).

Применение для решения практических задач. Применение ТСХ особенно эффективно для предварительного разделения (по классам, группам, видам веществ) компонентов сложных смесей органических загрязнителей воды, почвы и воздуха. Индивидуальная идентификация с помощью одной лишь ТСХ

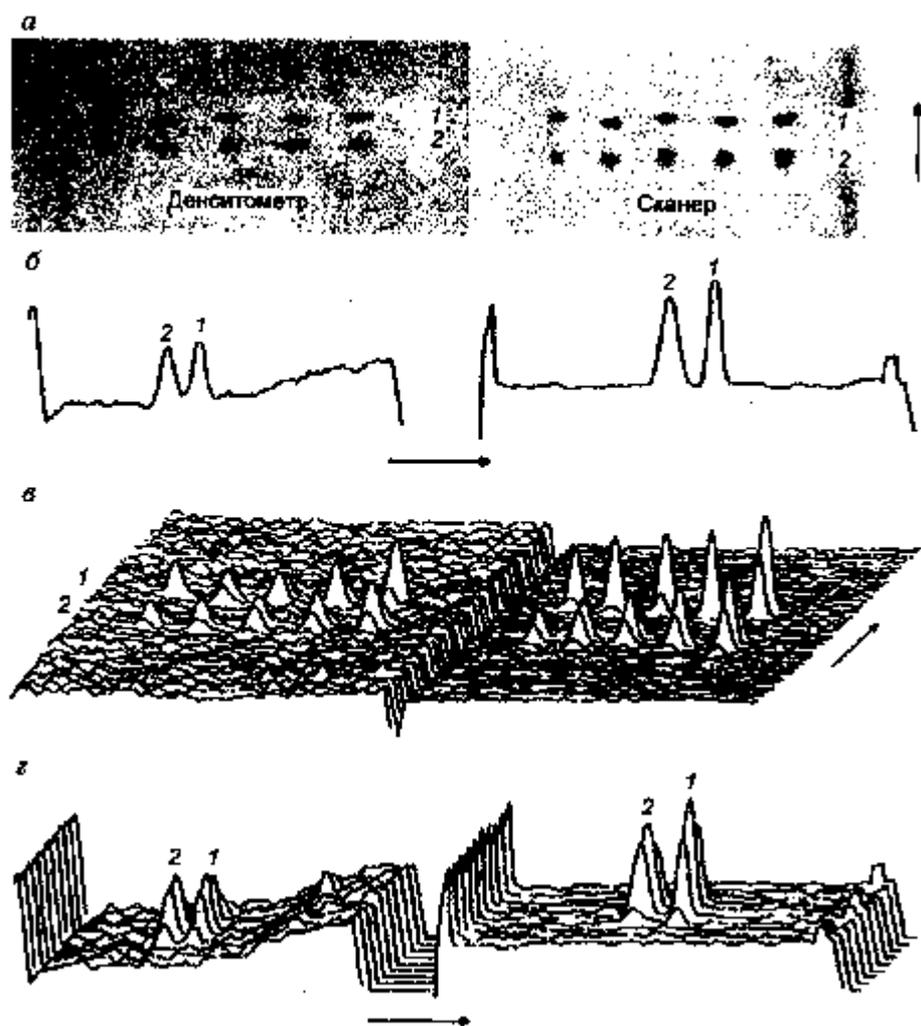


Рис. 33. Хроматограммы, полученные при разделении красителей азорубина (1) и амаранта (2) с применением системы ввода изображения с помощью видеоденситометра «ДенСкан-2» (слева) и планшетного сканера «Mustek Scan Express» (справа): а – полутоновое изображение рабочей области; б – денситограммы; в – 3D-изображение рабочей области; г – 3D-изображение области разделения пиков.

затруднена из-за отсутствия высокочувствительных и селективных детекторов, кроме того, определение целевых компонентов менее точно, чем в случае ГХ и ВЭЖХ. Часто ТСХ применяют на первом этапе анализа для разделения сложных и многокомпонентных смесей органических соединений на отдельные более простые группы, и уж потом проводят более детальное исследование этих групп «более тонкими» методами (ГХ, ВЭЖХ, ЯМР, ИК или масс-спектрометрией).

Использование ТСХ при анализе загрязненной пресной и морской воды открывает широкие возможности для препаративного разделения, предшествующего другим методам, разделения искомым примесей и дополнительной идентификации. ТСХ используют для обнаружения и полуколичественного определения веществ разной природы: поверхностно-активных веществ, углеводов, ПАУ, фенолов, пестицидов.

Для определения неионных ПАВ в сточных и речных водах используют пластинки со слоем силикагеля или Кизельгеля G. На пластинку наносят хлороформенный экстракт ПАВ и разделяют их при использовании в качестве подвижной фазы смесей этилацетат : вода : уксусная кислота. Обнаруживают пятна при опрыскивании смесью: реактив Бургера : фосфорная кислота : этанол : 5% раствор $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (10:1:10:5). ПАВ проявляют в виде розовых пятен. Метод позволяет определить в воде от 0,1 до 1,0 мг/л неионогенных ПАВ. Из сточных вод в этих условиях экстрагируются ионные ПАВ, но они движутся вместе с фронтом растворителя и не проявляются.

Предложено много методик определения фенолов. Хлорфенолы разделяют на пластинках с оксидом алюминия при многократном элюировании бензолом или на силикагелевых пластинках при элюировании смесью бензола и петролейного эфира (1:1). Определяют фенолы проявлением 2% раствором 4-аминоантипирина (предел

обнаружения 0,5 мкг/л) или по флуоресценции при 254 нм (до 0,5 мкг фенолов). Второй вариант определения фенолов – разделение в виде: антипириновых, 4-аминоантипириновых производных или с *n*-нитрофенилазокрасителями.

Часто ТСХ определяют в водах пестициды: хлорфеноксиуксусные кислоты, хлорсодержащие пестициды, триазиновые гербициды, гербициды на основе мочевины, карбаматы и фенилмочевины и фосфорорганические пестициды. Примеры и условия определения пестицидов в водах представлены на рис. 34 и в табл.25.

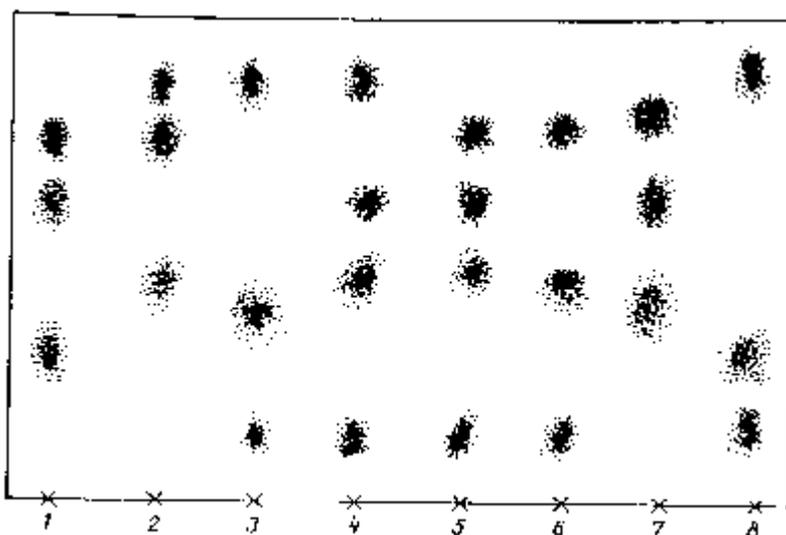


Рис. 34. Хроматограмма разделения гербицидов (зоны сверху вниз): 1 – прометон, атразин, промазин; 2 – симетрин, пропазин, прометрин; 3 – атратон, симазин, прометрин; 4 – атратон, десметрин, атразин, прометрин; 5 – атратон, симетрин, атразин, промазин; 6 – атратон, десметрин, промазин; 7 – симазин, атразин, промазин; 8 – атратон, прометон, прометрин.

ТСХ является недорогим и эффективным методом разделения, идентификации и полуколичественного определения пестицидов в почвах. В качестве примера можно привести метод определения альдрина и гепта-хлора на пластинках с оксидом алюминия; для их элюирования используют смесь изооктана и пиридина (7:3) или изооктана и диэтилового

эффира (7:3). Для обнаружения пестициды опрыскивают реагентом Митчела с последующим облучением УФ-излучением. Еще одним примером служит определение фосфорорганических пестицидов на пластинке со слоем силикагеля G фирмы Merck. В качестве подвижных фаз используют смеси: этилацетат : этанол : раствор аммиака (80:15:5); толуол : уксусная кислота : вода (60:60:6); бензол : этанол (9:1); этанол : этилацетат : уксусная кислота (3:4:2); бензол : хлороформ : этилацетат : пропанол (4:2:4:2). Для обнаружения фосфорорганических пестицидов предложено несколько проявляющих реагентов: раствор 4-(*n*-нитробензил)пиридина для обнаружения инсектицидов; смесь растворов нитрата серебра и бромкрезолового синего в метаноле – для проявления пятен пестицидов, содержащих тиофосфорильные группы. Для обнаружения Р=О-группы используют метод ингибирования фермента холинэстеразы, пестициды обнаруживаются в виде белых пятен на голубом фоне. В реальных образцах почвы могут присутствовать смеси пестицидов различной природы и их состав обычно неизвестен. ТСХ, оснащенный современными денситометрами, помогает решить эту сложную проблему. Денситометр позволяет сканировать полученные хроматограммы одновременно при нескольких длинах волн. Сочетание этой возможности с легкостью и экспрессностью варьирования природы сорбента на пластинке и состава элюента позволяет за короткое время получить большой объем информации и дать предварительную оценку загрязнения образцов почвы. Пример такого определения показан на рис. 35. Полученные результаты можно далее уточнить с использованием ВЭЖХ, ГХ или ГХ-МС.

В органических почвенных вытяжках определяют также ПАУ, разделяя их на силикагеле или целлюлозе, идентификацию проводят флуоресцентным методом.

Таблица 25. Примеры определения пестицидов в водах тонкослойной хроматографией

Разделяемые пестициды	Адсорбенты	Элюенты	Проявитель	С _{мин} , мкг
Хлорсодержащие пестициды: дильдрин, ДДТ линдан, гептахлорэпоксид, альдрин, гептахлор	Силикагель	CCl ₄	Родамин Б	-
12 пестицидов: эндрин, хлордан, гептахлор, нонахлор, изодрин, альдрин, гептахлор- борнен, гептахлорциклопентадиен, и др.	«	CCl ₄ -гексан (2:8)	«	-
Триазиновые гербициды: атранон, атразин, прометон, прометин, пропазин, симазин, симетрин	Силикагель G	Хлороформ-ацетон (9:1)	0,5% Раствор бриллиантового зеленого в ацетоне/Br ₂	-
Гербициды на основе мочевины: линурон, монурон, диурон, небурон, фенурон	Силикагель	Метан- 2,2',4триметилпентан- метилхлороформ (5:60:35)	Нингидрин/бутанол/ уксусная кислота	0,2
Карбаматы и фенилмочевины: ИКФ, хлор- ИКФ, фенурон, линурон, байгон, пиролан, диметолан, метасил, изолан, мезурол	«	Бензол; бензол-ацетон (95:5); циклогексан-этанол (85:15) гексан- ацетон (70:30)	<i>n</i> -Диметил-аминобензаль- дегид (карбаматы); NaNO ₂ /α-нафтол (мочевины)	4-5 2-5
Фосфорсодержащие пестициды: бромофос, дибром, этион, диазинон, мекарбам и другие	Силикагель G	Гексан-ацетон (5:1), хлороформ - ацетон (9:1) и хлороформ – уксусная кислота (9:1) последовательное элюирование	HI/(NH ₄) ₂ MoO ₄ /SnCl ₂ /NH ₃	1 мкг/л
Феноксиуксусные кислоты: 2,4-Д, 2,4,5- трихлорфенокси уксусная, 4-хлор-2-метил- феноксиуксусная, 2,2'-дихлорпропионовая	Кизельгель G Силикагель G	Циклогексан-бензол-гексан- уксусная кислота (14:3:1:2)	AgNO ₃ /2-феноксиэтанол	

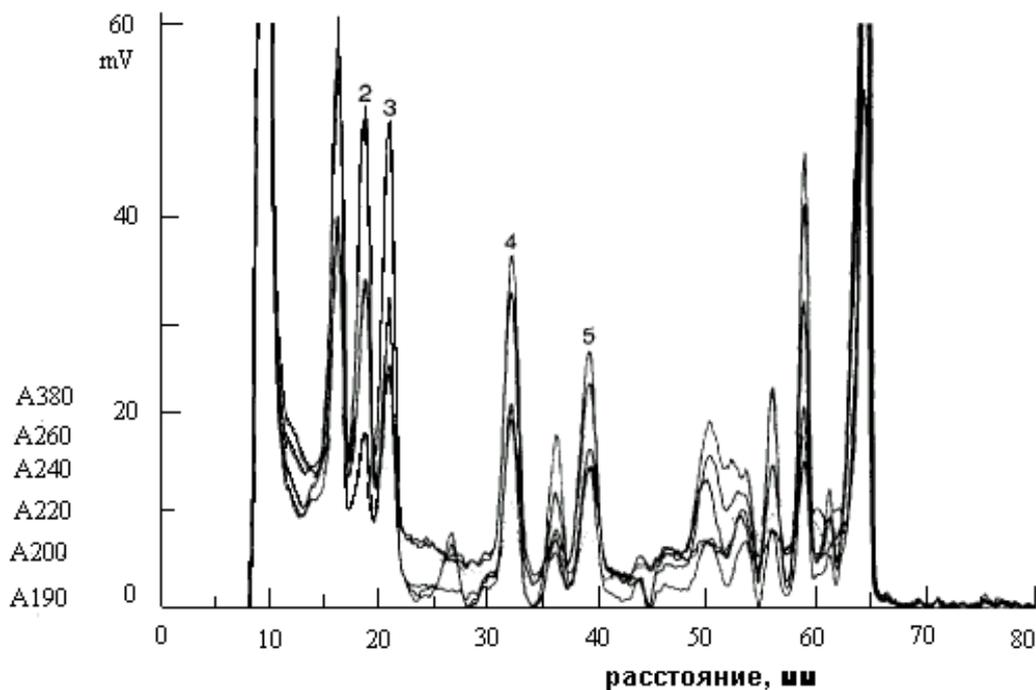


Рис. 35. Денситограмма ТСХ-хроматограммы питьевой воды с добавкой гербицидов (20 нг в пробе): 1 – метоксурон; 2 – монурон; 3 – хлортолурун; 4 – небурон; 5 – линурон при различных длинах волн (200; 220; 240; 260; 280; 300 нм).

Для определения загрязнителей в воздухе его предварительно аспирируют через различные фильтры, уловленные вещества экстрагируют подходящим растворителем, и полученный экстракт анализируют ТСХ. ТСХ позволяет определять в воздухе ароматические углеводороды, ароматические карбонильные соединения, ароматические амины и имины, фенолы, металлорганические соединения, сложные эфиры фталевой кислоты. Сканирование хроматограмм с использованием спектроскопических методов, особенно флуоресценции, позволяет идентифицировать весь спектр токсичных соединений.

Наиболее часто определяют ПАУ и азарены; в качестве адсорбентов используют: целлюлозу, силикагель, оксид алюминия, флоросил. Элюируют ПАУ и азарены смесями гексана с бензолом, пентана с хлороформом, бензола с хлороформом. В России разработана стандартная методика определения бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны предприятий,

основанная на измерении люминесценции этого канцерогенного соединения, а также других ПАУ при температуре жидкого азота на пластинке с оксидом алюминия. Предел обнаружения ПАУ составляет 0,5 мкг/л. На рис. 36 показаны хроматограммы смеси азаренов и полициклических карбонильных соединений, которые входят в перечень токсичных загрязнителей городского воздуха.

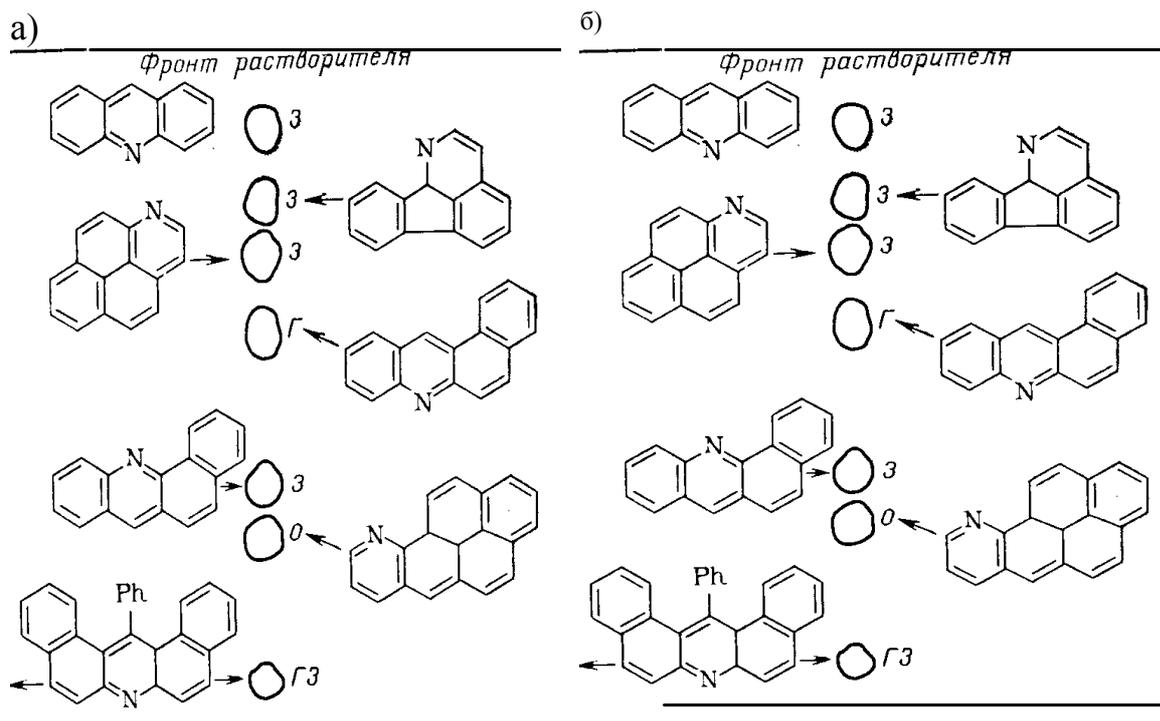


Рис. 36. Хроматограммы, полученные при разделении смесей:

а) азаренов, разделение проводили на целлюлозе при элюировании смесью диметилформаид – вода (35:65); разделение проводили на окиси алюминия при элюировании смесью толуол – эфир (95:5).

Цвета флуоресценции: С – светлый; Г – голубой; Ж – желтый; З – зеленый; О –оранжевый

Таким образом, примеры использования ТСХ для определения токсичных соединений в различных водах, почвах и воздухе подчеркивают важность этого метода для экологического контроля, особенно, с учетом современного аппаратного оформления метода.