Mühaziə 9

**Vəsfi xromatoqrafiya usülları**

Kimyəvi analiz təcrübəsində çox saylı komponentlərdən ibarət mürəkkəb qarışıqların analizi ortaya çıxır. Belə qarışıqlara əsasən təbii qarışıqlardan süxurları, mineral filizləri aəddər. Mürəkkəb dərman preparatları və qarışıqların fərdi və analiz üsulları ilə araşdırılması nəinkə çətinlik törədir, ümumiyyətlə mümkün deyəl. Bu onunla izah edilir ki, həmin qarışıqların tərkibinə daxil olan maddələri həm xassəcə mürəkkəb, həm də bir-birinə oxşardır. Odur ki, bu qarışıqların analizi daha təkmil üsul tələb edir. Bu cür qarışıqların öz tərkib komponentlərinə ayrılması xromotoqrafiya üsulu ilə yerinə yetirilir. Yunanca xromo “rəng” graphe-çəkirəm. Rəngli birləşmə alındığı üçün bu cür ad verilir. 1913-cü ildə ilk dəfə rus botaniki Svet tərəfindən tətbiq edilib. Bu üsulun köməyilə bitki xlorofilini tərkib komponentlərinə ayırıblar. Xromotoqrafiyanın inkişafında sovet alimləri Samsonov, Raçidski, böyük xidmət göstərmişlər. Xromotoqrafiya üsulunda maddənin hərəkətli və hərəkətsiz fazalar arasında paylanmasına əsaslanır. Hərəkətsiz faza dedikdə bərk və ya maye fazalar, hərəkətli maye və qaz qötürülür. Adətən xromotoqrafiya üsulları: maye və qaz xromotoqrafəya növündən asılı olmayaraq xromotoqrafəya ğsulunda mürəkkəb qarışıqların öz tərkibinə ayrılması hərəkətli faza, hərəkətsiz fazaya hərəkət etdikdə maddəni yerindən tərpədərək maddənin yerini dəyişməsi nəticəsində baş verir.

Ayrılma mexanizminə görə xromotoqrafiya üsullarının aşağıdaki üsulları var:

1. Paylayıcı
2. Adsorbiya
3. İon-mübadilə
4. Keçirici
5. Elektrik
6. Kimyəvi

Paylayıcı xromotoqrafiya üsulunda mürəkkəb qarışıqların öz tərkib komponentlərinə ayrılması həmin maddənin hərəkətli və hərəkətsiz fazalar arasında paylanma qabiliyyətinin müxtəlif olması nəticəsində baş verir. Burada hərəkətsiz faza kimi bər adsorbant hopdurulmuş maye faza qötürülür. Hərəkətli faza qarışıqları və ya müxtəlif qazlar istifadə olunur. Hərəkətli və hərəkətsiz fazalar bir-birinə toxunduqda tarazlıq yaranır və fazada maddələrin müəyyən qatılığı olur. Hərəkətsiz fazaya nisbətən hərəkətlidə tarazliq pozulur, madddələr hərəkətsiz fazadan hərəkətli fazanın maddə olmayan zonasına keçir və ya əksinə maddələr 2 faza arasında bir-birindən ayrılması baş verir.

Adsorbiya xromotoqrafiya üsulunda mürəkkəb qarışıqların öz tərkib komponentlərinə ayrılması həmin maddələrin absorbentin səthində (hopma) qabiliyyətinin müxtəlif cür olması nəticəsində baş verir. Hərəkətsiz faza bərk, hərəkətli faza maye və qaz şəklində olur. Absorbent tərəfindən daha möhkəm udulur və ya kopdurulan faza hərəkətli fazaya hərəkət etdikdə sürəti az olur. Absorbentə yaxın münasibəti olmayan maddə ilə hərəkətli fazada daha sürətlə hərəkət edir. Bu proseslər nəticəsində mürəkkəb qarışıq öz tərkib komponentlərinə ayrılır və hər bir maddə hərəkətsiz fazanın təbəqəesinin müxtəlif zonlarında yərləşmişdir.

İon – mübadilə xromotoqrafiya üsulunda- adından məlum olduğu kimi burada ionunu dəyişdirən mübadilə edən absorbent istifadə olunur. O öz ionunun hərəkətli fazanın ionu ilə dəyişir. Absorbent ilə yaxınliq münasibəti pis olan maddə tərəfindən sıxışdırılıp çıxardılır. Nəticədə ionlar bir-birindən ayrılmış olur, nəhayət son mərhələdə absorbentə hopmuş ion digər ion tərəfindən sıxışdırılır.

Keçirici xromotoqrafiya-burada müvafiq ölçü və formaya malik məsamələri olan xüsusi növ absorbent istifadə olunur. Bu məsamələr seçici olaraq müvafiq molekullu maddələri tutub saxlayır. Bu cür absorbenti məsaməli absorbentlərə molekulyar ələklər deyilir. Buna misal olaraq maye-gel xromotoqrafiya üsulunu göstərmək olar. Burada hərəkətsiz faza kəmə müəyyən ölçülü məsaməyə malik gel istifadə olunur. Hərəkətli faza kimi götürülür.

Elektrolit xromotoqrafiya və ya elektrofez deyilir. Bu üsul elektrik sahəsi təsirindən ionların hərəkət etmə qabiliyyətindən istifadə edilir. Kationlar katodda, anionlar anodda toplanır. Müxtəlif ionların bir-birindən ölçülərinə, elektrik yükünə və hərəkətliliyinə görə fərqlənir. Bu da ionların hərəkət sürəti fərqli olması ionların ayırmağa imkan verir.

Kimyəvi xromotoqrafiya adından bəlli olduğu kimi kimyəvi reaksiyalardan istifadə olunur.

İstifadə olunan texnikaya görə xromotoqrafiya üsulları təsnif edilir.

1. Kalonka və ya boru –bu xüsusi növ kalonka və boruda yerinə yetirilir. Boruda xüsusi absorbent yerləşdirilir. Analiz olunan mürəkkəb qarışıq ya borunun üstünə ya da hərəkətli maye fazanın tərkibində kalonkadan buraxılır. Bu zaman hər bir maddəyə müvafiq zona əmələ gəlir.
2. Kağız xromotoqrafiya bu xususi kağız üzərində aparılır.
3. Nazik təbəqə üzərində xüsusi lövhəcik.
4. Kapilyar xromotografiya- xüsusi kapilyar aparılır. Kapilyarın iç divarına hərəkətsiz maye hopdurulur. Kapilyarın içərisindən hərkətli faza adətən qaz şəkilli maye buraxılır.

Bu göstərilən xromotoqrafiya üsullarından kağız və nazik təbəqə üzərində aparılan xromotoqrafəya üsullar daha əhəmmiyyətlidir. Bu üsullar adətən mürəkkəb qarışıqların operativ həll etmək üçün istifadə olunur. Bu 2 üsul həm asan başa gəlir, həm də yerinə yetirilməsi asan başa gəlir.

Bunların təsir mexanizminə gəldikdə bir qədər ziddiyyətli məlumatlar verilir. Bəzi müəlləflər hər 2 fazani maye→maye xromotoqrafiya üsuluna, digərləri maye→bərk xromotoqrafiya üsuluna aid edirlər. Bu ziddəyətlərə baxmayaraq təcrübi əhəmiyyətləri çoxdur.

Kağız xromotoqrafiya xüsusi növ xromotoqrafiya kağızı ilə (rulon formasında) aparılır. 2 markası var:

“б” maye faza sürətli hərəkət edir.

“M” maye faza yavaş hərəkət edir.

Kağız xromotoqrafiyanın bir neçə növünü göstərmək olar:

1. Qalxan xromotoqrafiya yəni həlledici hərəkətli faza hərəkətsiz faza üzərində aşaöıdan yuxarı qalxır.
2. Enən xromotoqrafiya burada isə hərkətli faza kağız üzərində aparılır. Burada da yuxardan aşağı hərəkət baş verir.
3. Radial xromotoqrafiya xromotoqmatik dairədə aparılır, dairənin mərkəzinə fitil keçirilir. Fitil xrom kağızından hazırlanır.
4. Mərkəzdən qaçan xrom-c-də göstərilən kağız dairə mərkəzdən qaçma qüvvəsi tərəfindən dəyişdirilir. Bu zaman hərəkətli maye fazanın hərəkət sürəti artır.Ən çox işlənən qalxan xromotoqrafiya üsulundan.

Maddənin kağız üzərində xromotoqrafiya olunması R-adlanan kəmiyyətlə xarakterizə olunur. Maddənin kağız üzərində start xəttindən keçdiyi məsafənin həlledicinin start xəttinə qədər keçdiyi məsafəyə nisbəti ilə ölçülür. Rf = Sm/Sn

Rf – in qiyməti vahiddən az olur.

Əgər maddələrin Rf – birə uyğun gəlirsə, güman edilən m. qarışığın tərkibində var. Yənim-in identifikasiyası Rg-ə görə aparılır. Kağizdan dairə şəkilli kəsiklər, mərkəzdə diametri 3-4 sm dairə çəkilir, bu start xəttidi, həmin dairənin içərisində 3-4 mm olan deşik açılır. Həmin deşiyə fitil keçirilir. Bu xromotoqrafiya kağızdan düzəldilir. Adətən laboratoriya şəraitində şüşə lövhə üzərinə tökülür. Bunlar şüşə çubuqla yaxilir. Bu o qədər də əlverişli deyəl, çünki pulmerizatorla çiləndikdə adsorbent şüşənin üzərindən uça bilər. Bərkidilmiş təbəqə daha əlverişli olur. Həmin adsorbent gipslə qarışdırılır, su ilə horraya bənzər kütlə alınır. Həmin kütlə şüşə lövhəcik üzərinə yayılır və bərkidilmiş olur və qurudulur.

Hərəkətli maye fazanın düzgün seçilməsi. Maye həlledici yaxşı həll olarsa həlledici maddədən özüylə bərabər fronta qədər aparacaq maddə bölünməyəcək, Əgər m. həmin həlledicidə həll olursa yerindən tərpənməyəcək. Deməli, az həll olan m. götürülür. Bunun üçün müvafiq üzvi həlledicilər və ya onun su ilə qarışığı götürülür. Yəni, su, turşu və ya əsas əlavə olunur. Qzərinə C2H5OH üzəri aseton və s.

Kationları ayırmaq üçün hərəkətli maye fazanın tərkibinə turşu HNO3, HCl əlavə olunur. Anionları ayırmaq üçün NH4OH və piridin əlavə olunur.

Ləkələrin xromotoqrafiya üzərində aşkar edilməsi. Bunun üçün xüsusi reaktivləri çilənir və ləkələri xüsusi rəng kəsb edir. Aşkar olunur. Məs: Fe3+ ammonium rodanid, Al3+ alizarin məhlulu, Ni – üçün diasetildioksin (çuqayev reaktivi)

Kationlarən qrup şəklində aşkar etmək üçün aşkarlayıcı reaktiv kimi 8-oksixendin xüsusi d-elementləri üçün sonra metal indikatorlar. Anionları aşkar etmək üçün turşu əsas indikatorları, əsası boya maddələri işləmək olar.