التجربة (06): كروماتوجرافي الطبقة الرقيقة ([Thin layer chromatography[TLC).

مقدمة:

تعتبر كروماتوجرافي الطبقة الرقيقة من أسهل وأسرع طرق الفصل والتي تستخدم كمية قليلة من المادة، وتعتمد هذه الطريقة على تجزئة المركب بين طورين

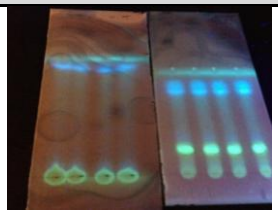
1- الطور الثابت (stationary phase)**:** وهو عبارة عن طبقة رقيقة من مادة شديدة الادمصاص مثل السيلكا جل silica gel (SiO_2 x H_2O) و الألومينا alumina (Al_2O_3 x H_2O) مفرودة على شريحة من الزجاج أو الألومونيوم.

2- الطور المتحرك (mobile phase): وهو عبارة عن مذيب عضوي أو أكثر تسري خلال الطور الثابت.

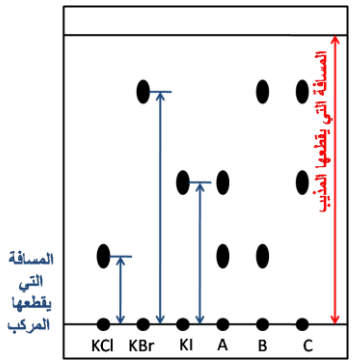
في عملية الـ TLC يتم وضع نقاط من المادة على احد أطراف الشريحة بواسطة أنبوبة شعرية و من ثم إدخال الشريحة في علبة زجاجية محكمة الإغلاق تحتوي على المذيب المستخدم كطور متحرك، مع ارتفاع المذيب خلال الشريحة تبدأ المادة بالتحرك خلال الشريحة، وتعتمد سرعة حركة المادة في الشريحة على ارتباط المادة و قوة ادمصاصها بالطور الثابت، كلما كان ارتباط المادة بالطور الثابت قوي كلما كانت حركة المادة بطيئة خلال الشريحة. و يتم ترك الشريحة داخل العلبة الزجاجية حتى يصل ارتفاع المذيب إلى ما قبل نهاية الشريحة ومن ثم إخراج الشريحة وتركها حتى تجف ليتم إظهار النقاط بالطرق المناسبة.

تظهير النقاط بعد الفصل:

المركبات الملونة لا تحتاج إلي استخدام الكواشف لإظهار نقاطها على شريحة الـ TLC، لكن مع الأسف معظم المركبات العضوية مركبات غير ملونة و لذلك نحتاج إلى استخدام طرق خاصة لإظهارها وجعلها مرئية، من هذه الطرق:

الطريقة		
UV lamb	بعض المواد تشع تحت لمبة الأشعة الفوق بنفسجية معطية ألوان مميزة.	
استخدام اليود	يتم وضع الشريحة بعد الانتهاء من الفصل لعدة دقائق في علبة تحتوي على كمية من اليود و مشبعة ببخارة حيث يتفاعل اليود مع بعض المركبات مكوناً معقدات داكنة.	
الكواشف الأخرى	يعتمد الكاشف على نوع المواد المراد إظهارها حيث يتفاعل الكاشف مع المواد ليعطي لون مميز. في هذه التجربة يستخدم كاشف الفلورسين حيث يعطي لون برتقالي عند تفاعله مع المواد المستخدمة.	

عامل الاستبقاء R_f, The retention factor:



المسافة التي يقطعها المركب على شريحة الـ **TLC** مقسوما على المسافة التي يقطعها المذيب ابتداءً من الخط المرسوم بقلم الرصاص (و ليس من أسفل الشريحة)

عند استخدام نفس النوع من السيلكا ومذيب الطور المتحرك فان المواد المتشابهة تتحرك بنفس السرعة و تقطع نفس المسافة و بالتالي لها نفس قيمة عامل الاستبقاء حتى وان كانت موجودة في مخلوط.

$$R_f = \frac{\text{The distance a compound has moved up the TLC plate}}{\text{The distance that the solvent front moved}}$$

و علية فانه في حال كانت المادة تتحرك بنفس سرعة الطور المتحرك تكون قيمة عامل الاستبقاء تساوي 1 و هي أعلى قيمة ممكنة لعامل الاستبقاء

$$\mathbf{R_f \leq 1}$$

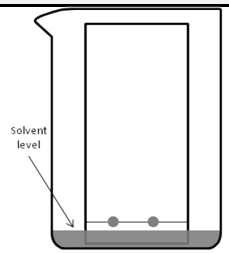
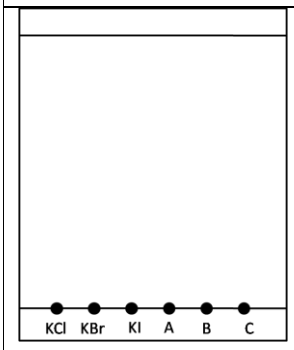
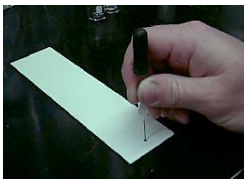
و تعتمد قيمة عامل الاستبقاء على كلاً من:

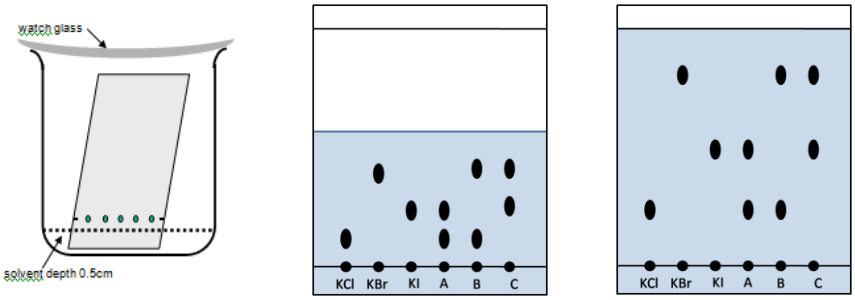
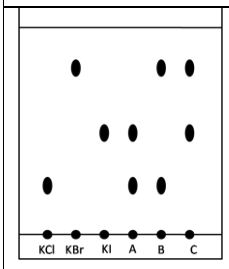
- طبيعة الطور الثابت.
- طبيعة الطور المتحرك.

الهدف من التجربة:

- التعرف على مكونات خليط ما بأقل كمية ممكنة من المادة.
- معرفة مدى نقاوة مادة ما.
- مراقبة اكتمال التفاعل الكيميائي.

خطوات التجربة (Experimental Procedures):

الخطوة	الإجراء
1	تحضير الطور المتحرك (in a covered jar) .
	يتم وضع المذيب أو المذيبات المناسبة للاستخدام كطور متحرك في علبة زجاجية مقفلة على أن يكون ارتفاعها داخل العلبة منخفض (يكون ارتفاعه اقل من مستوى الخط المرسوم على شريحة الـ TLC). (تم تجهيز هذه الخطوة من قبل الفنية) 
2	تحضير شريحة الـ TLC (الطور الثابت).
	على شريحة الـ TLC ارسمي بواسطة قلم رصاص خطين على بعد 1cm من نهايتي الشريحة (خط البداية و خط النهاية). يجب مراعاة التالي: - عدم لمس سطح الشريحة المعبأ بالسليكا بواسطة اليد حيث يجب مسكها من الحواف الخارجية وذلك نظرا لحساسية الشريحة لأي مادة تلامس سطحها. - عدم استخدام قلم حبر من أي نوع و ذلك لذوبان الحبر في المذيبات المستخدمة كطور متحرك. - عدم الضغط عند رسم الخط بقلم الرصاص لكي لا يحدث تكسر للطور الثابت الموجود على الزجاج.
	قسمي خط البداية عن طريق وضع ستة نقاط (راعي البعد عن الحافتين) هذه النقاط مقسمة إلى قسمين - ثلاث نقاط مخصصة لثلاث مواد معلومة و هي KCl, KBr and KI. - ثلاث نقاط مخصصة لثلاث مخاليط كل مخلوط مكون من مادتين من المواد المعلومة. يتم وضع كمية بسيطة جداً جداً من المواد على النقاط الموجودة على الشريحة باستخدام الأنابيب الشعرية (يمكنك تجربة التنقيط علي الورق قبل الشريحة). عند وضع النقاط يجب مراعاة أن تكون النقاط صغيرة و لا تنفرد على الشريحة و ذلك لمنع تداخل النقاط مع بعضها البعض و ليتم فصلها بصورة جيدة.  

الخطوة	الإجراء
3	وضع شريحة الـ TLC في الطور المتحرك (الجار)
	ضعي شريحة الـ TLC في العلبة (jar) بهدوء و بدون تحريك العلبة و من ثم أغلقيها مع مراعاة عدم تحريك العلبة أو فتحها حتى يصل الطور المتحرك إلى خط النهاية. ستلاحظين ارتفاع المذيب (الطور المتحرك) خلال الشريحة حاملاً معه المواد (يتغيير مكان النقاط على الشريحة) حيث تتحرك المواد مع المذيب بسرعات مختلفة حسب قطبيتها وارتباطها بالطور الثابت. سرعة المواد على شريحة الـ TLC تعتمد على ارتباط المواد بالطور الثابت (السيلكا) وذوبانيتها في الطور المتحرك، كلما كانت المركبات أكثر قطبية كلما ارتبطت بالسيلكا أكثر وبالتالي تكون حركتها بطيئة على الشريحة. و كلما كانت ذوبانية المواد في الطور المتحرك عالية كلما كانت حركتها سريعة على شريحة الـ TLC. 
	عند وصول الطور المتحرك إلى خط النهاية (المرسوم مسبقاً) اخرجي الشريحة من العلبة و اتركيها لمدة دقيقتين حتى تجف. ملاحظة: ستكون النقاط غير مرئية (شفافة) و لاظهارها يتم استخدام الكاشف. 
4	تظهير النقاط بواسطة الكاشف
	استخدمي البخاخ المحتوي على كاشف الفلورسين لوضع الكاشف على الشريحة. لاحظي ظهور النقاط في الشريحة.
5	أحسبي قيمة عامل الاستبقاء Retention Factor R_f للمركبات القياسية و المخاليط و حددي مكونات المخاليط عن طريق مقارنة قيم R_f للمواد في العينة المجهولة بقيم R_f للمواد القياسية المعلومة
	R_f=The distance a compound has moved up the TLC plate / The distance that the solvent front moved

النتائج: