

Z Katedry Chemii Fizycznej Wydziału Mat. Fiz. Chem. UMCS
Kierownik: prof. dr Andrzej Waksmundzki

Andrzej WAKSMUNDZKI i Jan RÓŻYŁO

**Wpływ struktury adsorbentów na wartości R_F w chromatografii
cienkowarstwowej przy zastosowaniu rozpuszczalników
jednoskładnikowych jako fazy ruchomej**

**Влияние структуры адсорбентов на величину R_F в тонкослойной
хроматографии при применении однокомпонентных растворителей
как подвижной фазы**

**The Influence of the Adsorbents Structure on the R_F Values in Thin-Layer
Chromatography by Using One-Component Solvents as Mobile Phase**

Duże zainteresowanie zagadnieniem chromatografii cienkowarstwowej, zwłaszcza w ostatnich latach, wiąże się z jej zaletami. Z jednej strony przewyższa ona metody chromatografii kolumnowej, gdyż pozwala na bezpośredni dostęp do złoża adsorbenta na całej długości. Z drugiej zaś strony, jako chromatografia adsorpcyjna w stosunku do chromatografii podziałowej, posiada znacznie większą zdolność rozdzielczą. Możliwość szerokiego doboru różnych adsorbentów prostych i mieszanych czyni chromatografię cienkowarstwową dziedziną bardzo uniwersalną, której zalety znane są nie tylko chemikom, lecz także biochemikom, biologom i innym.

Uzyskanie dobrych wyników rozdzielania substancji tą metodą zależy od wielu drobnych, ale dość ważnych czynników; sporo uwag na ten temat znajdujemy w monografii pod redakcją Stahla [1].

Porges i Porgesova poświęcili jedną ze swych prac [2] problemowi przygotowania z surowców dostępnych na rynku czechosłowackim żelu krzemionkowego do chromatografii cienkowarstwowej oraz podali sposób standaryzacji tego adsorbenta za pomocą wzorcowych barwników o znanych wartościach R_F .

Pataki i Keller [3] po przeprowadzeniu szeregu eksperymentów z niektórymi barwnikami stwierdzili, że wartości R_F substancji rozdzielanych metodą chromatografii cienkowarstwowej zależą od grubości warstwy adsorbenta na płytce. Również Pataki i Kelemen [4] opublikowali rezultaty swych badań nad powtarzalnością wartości R_F w chromatografii cienkowarstwowej, dużo uwagi poświęcając technice przygotowania warstwy adsorbenta.

Wszystkie te wysiłki zmierzają do ujednocnienia sposobu przygotowywania cienkich warstwek adsorbenta jak również standaryzacji otrzymanej warstwy.

Wśród wielu czynników wpływających na stopień rozdziału chromatografowanych substancji (temperatura suszenia adsorbenta, wielkość jego ziarna oraz sposób rozwijania chromatogramu) dużą rolę odgrywa prawdopodobnie wielkość powierzchni właściwej adsorbenta.

W niniejszej pracy postanowiono zbadać wpływ wielkości powierzchni właściwej żelu krzemionkowego, stopnia jego rozdrobnienia i grubości warstwy na stopień rozdziału chromatografowanych substancji.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Do eksperymentu użyto adsorbenty o wielkości powierzchni właściwej od kilku do ok. 350 m²/g. Tabele 1 i 2 podają wprowadzone oznaczenia stosowanych żeli, ich charakterystykę, wielkości ich powierzchni właści-

Tabela 1

Oznaczenie żelu	Sposób otrzymywania lub aktywacji
D2H1	Żel otrzymany w Katedrze Chemii Fizycznej UMCS*
2P2	Żel otrzymany w Katedrze Chemii Fizycznej UMCS*
ZN2	Żel firmy E. Merck do chromatografii poniżej 0,08 mm prażony przez 6 godz. w temp. 400°C
ZN1	Żel firmy E. Merck do chromatografii poniżej 0,08 mm
ZPII3	Żel ZPII1 wyprażony w temp. 400°C w ciągu 6 godz.
ZPI1	Żel rozprowadzany przez POCH Gliwice rozdrobniony i sedimentowany przez 5 min. (I partia)
	Żel rozprowadzany przez POCH Gliwice rozdrobniony i sedimentowany przez 2 godz.
ZPII2	Żel krzemionkowy rozprowadzany przez POCH Gliwice rozdrobniony i sedimentowany przez 50 min.
ZN3	Żel firmy E. Merck do chromatografii poniżej 0,08 mm prażony przez 12 godz. w temp. 800°C
„G”	Żel „G” do chromatografii cienkowarstwowej firmy E. Merck wg E. Stahla

* Preparowano metodą Dickeya [8]

Tabela 2

Oznaczenie żelu	s wg BET m ² /g	r Å	Wielkości ziarna żelu (średnica w mm)	Ilość wody po- trzebna do przygo- towania pasty ml/20g
D2H1	307	10	0,1	35
2P2	265	10	0,1	35
ZN2	175	35	0,08	40
ZN1	161	30	0,08	40
ZPII3	119	40	0,1	50
ZPI1	117	40	0,1	50
ZPI2	104	30	0,1	60
ZPII2	99	60	0,1	55
ZN3	ok. 3	—	0,08	13
„G”	—	—	0,08	40

s — powierzchnia właściwa adsorbenta

r — wielkość promienia kapilar

wych w m²/g, zmierzone w oparciu o metodę BET z izoterm adsorpcji par wody [5], wielkości porów, wielkości ziarna oraz ilości wody potrzebnej do przyrządzenia pasty adsorbenta o pożądanej konsystencji. Warstwy adsorbenta o grubości 0,3 oraz 0,5 mm nakładano na płytki szklane przy pomocy przyrządu opisanego w jednej z poprzednich publikacji [6]. Jako środka wiążącego adsorbent użyto gipsu, dodając go w ilości 13% w stosunku do ciężaru żelu. W celu wykazania, w jakim stopniu wpływa rodzaj fazy ruchomej, zastosowano do rozwijania chromatogramów szereg rozpuszczalników organicznych, a mianowicie: benzen, cykloheksan, dekalinę, toluen, tetralinę, dioksan, chloroform i cykloheksanon. Wszystkie te rozpuszczalniki miały stopień czystości cz. d. a. Odwadniano je za pomocą suchego żelu krzemionkowego sposobem podanym uprzednio [7].

Płytki z naniesioną warstwą adsorbenta przed umieszczeniem w komórce nasyconej parami rozpuszczalnika suszono przez 2 godz. w temp. ok. 135°C w suszarce. Do nanoszenia rozdzielanych substancji stosowano 5% roztwory alkoholowe o-, m-, p-nitroanilin. Rozwijanie chromatogramów prowadzono metodą wstępującą na dystansie 16 cm. Położenie plamek na chromatogramie obserwowano w świetle przechodzącym, ponieważ nitroaniliny są substancjami barwnymi. Doświadczenia przeprowadzono w pokoju termostatowym w temp. ok. 25°C. Otrzymane wyniki zamieszczono w tab. 3—10, z których można odczytać różnice wartości R_F dla nitroanilin na stosowanych adsorbentach.

Wyników nie przedstawiono graficznie ze względu na dużą liczbę krzywych na wykresach, które przebiegają niejednokrotnie w pobliżu siebie i wskutek tego byłyby mało czytelne.

OMÓWIENIE WYNIKÓW I WNIOSKI

Kolejność tab. 3—10 została podana według polarności rozpuszczalnika, służącego do rozwijania chromatogramu. Tabela 3 zawiera wartości R_F nitroanilin otrzymane podczas rozdzielania ich przy pomocy benzenu. W tym przypadku R_F badanych izomerów wzrastają na ogół wraz ze zmniejszeniem się wielkości powierzchni właściwej adsorbentów. I tak na żelu krzemionkowym D2H1 o powierzchni właściwej $307 \text{ m}^2/\text{g}$ R_F

Tab. 3. Wartości R_F o-,m-,p-nitroanilin otrzymane przy rozwijaniu chromatogramu benzenem ($\mu = 0$)

Rodzaj żelu	Grubość warstwy w mm					
	0,3			0,5		
	o	m	p	o	m	p
D2H1	0,38	0,23	0,19	0,30	0,18	0,14
2P2	0,28	0,12	0,08	0,25	0,11	0,07
ZN2	0,39	0,33	0,18	0,31	0,18	0,14
ZN1	0,41	0,21	0,16	0,33	0,16	0,14
ZPII3	0,66	0,48	0,41	0,53	0,34	0,31
ZPI1	0,64	0,46	0,39	0,61	0,38	0,31
ZPI2	0,74	0,61	0,53	0,55	0,34	0,29
ZPII2	0,73	0,56	0,49	0,61	0,39	0,33
ZN3	0,94	0,92	0,91	—	—	—
„G”	0,46	0,28	0,22	0,38	0,21	0,16

tych nitroanilin wynoszą odpowiednio 0,38, 0,23 i 0,19, zaś na żelu ZPII2 o powierzchni właściwej $99 \text{ m}^2/\text{g}$ wartości R_F rozdzielanych izomerów są następujące: 0,73, 0,56 i 0,49. Wysokie wartości R_F otrzymano na żelu ZN3 o powierzchni właściwej, ok kilku m^2 , ale rozdział w tym przypadku nie zachodzi, a plamki rozdzielanych substancji są rozmyte i mają dużą powierzchnię. Najlepsze wyniki rozdziału otrzymano na żelach ZPII3 i ZPI1 o powierzchniach właściwych 119 i $117 \text{ m}^2/\text{g}$. Gorsze wyniki natomiast uzyskano na żelach oznaczonych jako ZN1 i ZN2 o powierzchniach właściwych 175 i $161 \text{ m}^2/\text{g}$. Tylko w przypadku żelu 2P2 obserwujemy obniżenie wartości R_F wraz ze zmniejszaniem się powierzchni właściwej adsorbenta. Być może spowodowane to jest specyficznym sposobem przygotowywania tego adsorbenta [6], co wymaga jednak osobnych badań.

Prowadzone równolegle rozwijanie chromatogramów na tych samych żelach, ale na warstwie o grubości 0,5 mm wykazuje, że na grubszych

warstwach osiąga się dla żeli o powierzchniach właściwych od 307 do 161 m² nieco niższe, a dla żeli o powierzchniach właściwych ok. 100 m²/g znacznie niższe wartości R_F nitroanilin niż na warstwach tych samych adsorbentów o grubości 0,3 mm. Na żelu „G” otrzymano gorszy rozdział analizowanych nitroanilin niż na żelach produkcji własnej. Wartości R_F o-, m-, p-nitroanilin wzrastają stopniowo przy przechodzeniu od żeli wąskoporowatych do żeli posiadających większe średnice porów. Odnosi się to tak do warstwy 0,3, jak i 0,5 mm. Natomiast stopień rozdrobnienia adsorbenta w granicach od 0,1 do 0,08 praktycznie nie wpływa na wartość R_F nitroanilin.

Tab. 4. Wartości R_F o-,m-,p-nitroanilin otrzymane przy rozwijaniu chromatogramu cykloheksanem ($\mu = 0$)

Rodzaj żelu	Grubość warstwy w mm					
	0,3			0,5		
	o	m	p	o	m	p
D2H1	0	0	0	0	0	0
2P2	0	0	0	0	0	0
ZN2	0,05	0,02	0,01	0,02	0	0
ZN1	0,01	0	0	0,01	0	0
ZPII3	0,13	0,05	0,03	0,06	0,02	0,01
ZPI1	0,03	0,01	0,01	0,03	0	0
ZPI2	0,03	0,01	0,01	0,02	0	0
ZPII2	0,03	0,01	0,01	0,04	0,01	0,01
ZN3	0,70	0,40	0,55	—	—	—
„G”	0,03	0,01	0,01	0,0	0	0

Tabela 4 zawiera wartości R_F rozdzielanych izomerów, otrzymane podczas rozwijania chromatogramów cykloheksanem. Prawie na żadnym z użytych adsorbentów na obu warstwach nie otrzymano rozdziału badanych izomerów, a ich wartości R_F są bardzo bliskie lub równe 0. Zwraca jednak uwagę fakt, że na żelu ZPII3, mimo że wartości R_F nitroanilin zaledwie przewyższają 0,1 otrzymano wyraźny rozdział badanych związków, przy czym plamki mają wyraźne okrągłe kształty. Na żelu ZN3 otrzymano wprawdzie wysokie wartości R_F , ale plamki tworzą długie „ogony”. Na żelu „G” nie otrzymano rozdziału analizowanych substancji. Niezależnie od wielkości powierzchni i wielkości kapilar adsorbenta wartości R_F są przeważnie podobne. Można stąd wyprowadzić wniosek, że przy rozdziale odgrywają w tym przypadku rolę również własności chemiczne rozpuszczalnika.

Podczas rozwijania chromatogramów dekaliną (tab. 5) wszystkie trzy nitroaniliny pozostały na starcie, niezależnie od struktury adsorbenta

i grubości jego warstwy na płytce. Wyjątek stanowił tylko żel ZN3, na którym można te substancje zidentyfikować, mimo że tworzą się „ogony”.

Użycie słabo polarnego rozpuszczalnika — toluenu powoduje prawie regularny wzrost wartości R_F wszystkich trzech nitroanilin na obu warstwach przy przechodzeniu od adsorbentów o powierzchni właściwej ok. 300 m²/g do ok. 100 m²/g i wielkości porów od 10 do 60 Å (tab. 6). Wyjątek stanowi (jak i w przypadku benzenu) żel 2P2, na którym otrzymano

Tab. 5. Wartości R_F o-,m-,p-nitroanilin otrzymane przy rozwijaniu chromatogramu dekalina ($\mu = 0$)

Rodzaj żelu	Grubość warstwy w mm					
	0,3			0,5		
	o	m	p	o	m	p
D2H1	0	0	0	0	0	0
2P2	0,01	0	0	0	0	0
ZN2	0,01	0	0	0,01	0	0
ZN1	0,01	0	0	0	0	0
ZPII3	0,03	0,01	0	0,02	0,01	0
ZPI1	0,01	0,01	0	0,02	0	0
ZPI2	0,03	0,01	0,01	0,02	0,01	0
ZPII2	0,01	0,01	0	0,04	0	0
ZN3	0,66	0,30	0,14	—	—	—
„G”	0,01	0	0	0,01	0	0

Tab. 6. Wartości R_F o-,m-,p-nitroanilin otrzymane przy rozwijaniu chromatogramu toluenem ($\mu = 0,37$)

Rodzaj żelu	Grubość warstwy w mm					
	0,3			0,5		
	o	m	p	o	m	p
D2H1	0,26	0,15	0,13	0,17	0,09	0,06
2P2	0,16	0,07	0,04	0,16	0,08	0,05
ZN2	0,26	0,16	0,11	0,26	0,14	0,10
ZN1	0,27	0,14	0,11	0,28	0,14	0,11
ZPII3	0,49	0,30	0,22	0,46	0,33	0,28
ZPI1	0,48	0,29	0,21	0,45	0,26	0,22
ZPI2	0,49	0,30	0,22	0,44	0,26	0,19
ZPII2	0,48	0,30	0,23	0,49	0,32	0,27
ZN3	0,94	0,88	0,83	—	—	—
„G”	0,36	0,21	0,15	0,26	0,15	0,10

nizsze wartości R_F , mimo jego mniejszej powierzchni właściwej w porównaniu z żelom D2H1. Zwraca ponadto uwagę szczególnie dobry rozdział badanych izomerów na żelu ZPII3 na obu warstwach. Na innych żelach

rozdział jest również dobry, ale plamki rozdzielanych substancji są albo bardzo małe (D2H1, 2P2), albo z „ogonami” i rozciągnięte trochę poprzecznie do kierunku drogi rozpuszczalnika. Zarówno w przypadku warstw adsorbenta 0,3, jak i 0,5 mm obserwuje się wzrost wartości R_F substancji przy przechodzeniu od żelu D2H1 do żelu ZN3, chociaż na warstwie 0,5 wartości te mają niższe wielkości niż na warstwie 0,3 mm. W przypadku tego ostatniego żelu wartości R_F wynoszą odpowiednio dla o-, m-, p-nitroanilin 0,94, 0,88, 0,83, ale plamki są tylko lekko rozciągnięte poprzecznie.

Tab. 7. Wartości R_F o-,m-,p-nitroanilin otrzymane przy rozwijaniu chromatogramu tetraliną ($\mu = 0,41$)

Rodzaj żelu	Grubość warstwy w mm					
	0,3			0,5		
	o	m	p	o	m	p
D2H1	0,09	0,04	0,03	0,10	0,05	0,03
2P2	0,08	0,05	0,03	0,09	0,04	0,03
ZN2	0,18	0,13	0,10	0,20	0,16	0,13
ZN1	0,18	0,08	0,06	0,17	0,08	0,06
ZPII3	0,39	0,30	0,28	0,37	0,29	0,21
ZPI1	0,33	0,18	0,14	0,33	0,18	0,13
ZPI2	0,34	0,19	0,12	0,33	0,18	0,13
ZPII2	0,35	0,26	0,19	0,40	0,34	0,27
ZN3	0,97	0,96	0,96	—	—	—
„G”	0,23	0,18	0,13	0,21	0,14	0,11

Przy rozwijaniu chromatogramów tetraliną wartości R_F nitroanilin są raczej niewielkie (tab. 7). Jedynie na żelu ZN3, posiadają one wysokie wartości R_F , ale rozdział substancji nie następuje. Wraz ze zmniejszeniem się powierzchni właściwej adsorbentów obserwuje się wprawdzie niewielki, ale równomierny wzrost wartości R_F rozdzielanych substancji.

Najlepszy rozdział otrzymano na warstwie 0,3 żelu ZPII2 oraz na warstwie 0,5 żelu ZPII3. Należy podkreślić, że na wszystkich tych żelach plamki nitroanilin są niewielkie i prawie okrągłe. Nawet żel ZN3 w przypadku tetraliny jako rozpuszczalnika nie powoduje rozciągania poprzecznego plamek i tworzenia „ogonów”.

W przypadku użycia dioksanu jako fazy ruchomej wartości R_F , o-, m-, p-nitroanilin są wysokie i praktycznie jednakowe na wszystkich bez wyjątku żelach (tab. 8). Na warstwach adsorbenta 0,5 mm wartości R_F są nieco niższe niż na warstwach grubości 0,3 mm. W przypadku tego rozpuszczalnika ani zmiana wielkości powierzchni właściwej, ani promienia porów adsorbentów nie doprowadziła do rozdziału o-, m-, p-nitroanilin.

Tab. 8. Wartości R_F o-,m-,p-nitroanilin otrzymane przy rozwijaniu chromatogramu dioksanem ($\mu = 0,45$)

Rodzaj żelu	Grubość warstwy w mm					
	0,3			0,5		
	o	m	p	o	m	p
D2H1	0,78	0,76	0,73	0,76	0,76	0,73
2P2	0,85	0,85	0,81	0,85	0,85	0,81
ZN2	0,86	0,86	0,83	0,74	0,74	0,69
ZN1	0,84	0,80	0,75	0,78	0,73	0,69
ZPII3	0,84	0,84	0,84	0,79	0,79	0,78
ZPI1	0,81	0,79	0,79	0,83	0,82	0,81
ZPI2	0,84	0,84	0,83	0,83	0,82	0,81
ZPII2	0,84	0,84	0,83	0,89	0,89	0,87
ZN3	0,95	0,95	0,94	—	—	—
„G”	0,81	0,81	0,78	0,79	0,77	0,74

Najlepszy rozdział omawianych izomerów obserwowano podczas stosowania do rozwijania chromatogramów chloroformu. Wartości R_F są dość wysokie, bo wynoszą od 0,70 na warstwie 0,3 żelu D2H1 do ok. 0,97 na żelu ZN3. Wartości R_F na warstwach adsorbenta o grubości 0,5 mm są trochę niższe niż na warstwach o grubości 0,3 mm. Szczególnie dobry rozdział tych substancji nastąpił na żelach D2H1 i 2P2 w obu warstwach. Plamki rozdzielanych substancji mają średnicę ok. 1 cm, są równe i tylko lekko eliptyczne. Natomiast na żelu „G” na warstwie 0,3 mm plamki wszystkich nitroanilin są rozciągnięte poprzecznie do kierunku drogi rozpuszczalnika i rozdział ich jest ledwo widoczny, zaś na warstwie 0,5 mm tego żelu rozdział nitroanilin nie nastąpił. Tak samo brak rozdziału na

Tab. 9. Wartości R_F o-,m-,p-nitroanilin otrzymane przy rozwijaniu chromatogramu chloroformem ($\mu = 1,21$)

Rodzaj żelu	Grubość warstwy w mm					
	0,3			0,5		
	o	m	p	o	m	p
D2H1	0,69	0,54	0,44	0,70	0,53	0,44
2P2	0,81	0,66	0,58	0,78	0,57	0,47
ZN2	0,64	0,48	0,42	0,63	0,43	0,41
ZN1	0,67	0,47	0,44	0,56	0,37	0,36
ZPII3	0,92	0,86	0,84	0,79	0,66	0,64
ZPI1	0,90	0,80	0,78	0,83	0,75	0,74
ZPI2	0,80	0,66	0,66	0,75	0,57	0,54
ZPII2	0,74	0,60	0,57	0,92	0,81	0,79
ZN3	0,97	0,97	0,97	—	—	—
„G”	0,81	0,67	0,62	0,63	0,41	0,38

żelu ZN1, natomiast na żelu ZN2 w warstwie 0,3 mm rozdział jest słaby podobnie jak na żelu „G”. Zastosowanie chloroformu daje pewną nieprawidłowość, a mianowicie przy przechodzeniu od adsorbentów o dużej powierzchni właściwej do adsorbentów posiadających mniejszą powierzchnię właściwą wartości R_F nie zmieniają się w sposób prawidłowy, jak np. w przypadku benzenu. Nie można tego jednak wytłumaczyć ani wielkością powierzchni adsorbenta, ani też jego stopniem rozdrobnienia.

Tab. 10. Wartości R_f o-,m-,p-nitroanilin otrzymane przy rozwijaniu chromatogramu cykloheksanonem ($\mu = 2,9$)

Rodzaj żelu	Grubość warstwy w mm					
	0,3			0,5		
	o	m	p	o	m	p
D2H1	0,78	0,76	0,76	0,73	0,75	0,76
2P2	0,80	0,78	0,79	0,80	0,78	0,78
ZN2	0,65	0,63	0,63	0,69	0,66	0,66
ZN1	0,69	0,63	0,61	0,71	0,64	0,64
ZPII3	0,83	0,81	0,79	0,86	0,85	0,85
ZPI1	0,78	0,78	0,77	0,69	0,66	0,65
ZPI2	0,85	0,82	0,82	0,84	0,83	0,83
ZPII2	0,85	0,83	0,83	0,84	0,83	0,83
ZN3	0,97	0,97	0,96	—	—	—
„G”	0,69	0,69	0,69	0,76	0,73	0,72

Ostatni ze stosowanych rozpuszczalników, polarny cykloheksanon $\mu = 2,9$, na żadnym żelu nie powoduje rozdzielania nitroanilin. Wartości R_F są dość wysokie.

WNIOSKI

1. Na podstawie przeprowadzonych badań można stwierdzić, że w omawianych przypadkach wartości R_F nitroanilin zależą od powierzchni właściwej i porowatej struktury adsorbenta i zwiększają się na ogół wraz ze zmniejszeniem się powierzchni właściwej adsorbentów.

2. Zwiększenie grubości warstwy adsorbenta powoduje w mniejszym lub większym stopniu zmniejszenie wartości R_F nitroanilin. Zatem zjawiska podwyższenia albo obniżania wartości R_F przy zmianie grubości warstwy adsorbenta nie należy uogólniać. Jest to właściwość danego układu chromatograficznego: adsorbent — rozpuszczalnik — substancja rozdzielana.

3. Dotychczasowe próby standaryzacji adsorbentów do celów chromatografii cienkowarstwowej za pomocą barwników o znanych warto-

ściach R_F nie są zbyt trafnie dobrane, ponieważ wchodzą w grę własności chemiczne tych substancji. Wydaje się, że najlepiej byłoby standaryzować adsorbenty podając ich struktury mikroporowate.

4. W przypadku nitroanilin otrzymano lepszy ich rozdział na jednych żelach krzemionkowych niż na innych. Stąd wniosek, że jeden lub kilka adsorbentów tego samego rodzaju nie wystarcza do uzyskania dobrego rozdziału. Wynika z tego, że przez dobór adsorbenta o odpowiedniej wielkości powierzchni właściwej i odpowiedniej strukturze mikroporowatej można uzyskać rozdział substancji, którego nie można było otrzymać stosując adsorbenty o innej charakterystyce. Duże znaczenie mogą tu mieć specyficzne adsorbenty preparowane wg Dickeya, nad którymi prowadzone są w naszej Katedrze badania [8].

PIŚMIENNICTWO

1. Stahl E.: Dünnschichtchromatographie, Ein Laboratoriumshandbuch Berlin, Göttingen—Heidelberg 1962.
2. Porges E., Porgesova L.: Bratislavske Lekarske Listy, I, **XLIII**, 9 (1963).
3. Pataki G., Keller M.: Helv. Chim. Acta, vol. **LXVI**, fasc. III, nr 113 (1963).
4. Pataki G., Kelemen J.: J. Chromatogr. **11**, 50 (1963).
5. Dubinin M. M., Timofiejew D. P.: Ž. Fiz. Chim., **21**, 1211 (1947).
6. Waksmundzki A., Różyło J., Ościk J.: Chemia Analit., **8**, 965 (1963).
7. Waksmundzki A., Ościk J., Nasuto R., Różyło J.: Przem. Chem., **40/8**, 432 (1961).
8. Waksmundzki A., Ościk J., Matuszewicz J., Nasuto R., Różyło J.: Przem. Chem., **40/7**, 387 (1961).

РЕЗЮМЕ

Путем применения некоторых однокомпонентных органических растворителей в качестве подвижной фазы была исследована зависимость раздела о-, м-, п-нитроанилинов от микропористой структуры геля кремневой кислоты и толщины слоя адсорбента в тонкослойной хроматографии (ТСХ). Обнаружено, что в этих случаях величины R_F зависят от природы адсорбента и увеличиваются с уменьшением его поверхности.

Увеличение толщины адсорбентного слоя вызывает уменьшение величин R_F нитроанилинов.

При стандартизации адсорбентов для ТСХ рекомендуется подавать их микропористую структуру.

Выбирая адсорбент соответствующей структуры, можно достичь раздела вещества, чего невозможно было бы получить применяя адсорбенты, обладающие другими свойствами.

SUMMARY

The dependence of the separation of substances (o-m-p-nitroanilines) on a microporous structure of silica gel and on the thickness of adsorbent layers in thin-layer chromatography (TLC) was investigated by using some one-component solvents as mobile phase.

It was demonstrated that in the above mentioned cases the R_F values depended on the type of the adsorbent, and usually increased parallel to a decrease of its specific areas. An increase of the thickness of the adsorbent layer affected, to a smaller or higher degree, a decrease of the R_F values of nitroanilines. It was also demonstrated that with the standardization of adsorbents in TLC, it would be better to give their microporous structure. The choice of a suitable adsorbent can ensure the separation of the substances which would be impossible if adsorbents with different properties were used.

