

Можливості використання сканувальної денситометрії для тонкошарової хроматографії

Андрій Салей

кандидат технічних наук, судовий експерт відділу фізико-хімічних досліджень, лабораторія досліджень матеріалів, речовин і виробів, Дніпропетровський науково-дослідний експертно-криміналістичний центр МВС України, м. Дніпро, Україна,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7098-4330>,
e-mail: saleiandrew@gmail.com

Зазначено, що можливості експерта-дослідника розширюють інтерпретування результатів тонкошарової хроматографії (як поширеного методу у практиці експертних установ) за допомогою методу сканувальної денситометрії (побудови відповідних кривих) і їх комплексний аналіз.

Ключові слова: тонкошарова хроматографія; денситометрія; екстракт; площа піка.

Capabilities of Using Scanning Densitometry for Thin-Layer Chromatography

Andrii Salei

The paper points out that the capabilities of an expert researcher enhance the interpretation of thin-layer chromatography results (a common method used in forensic institutions) through scanning densitometry (construction of corresponding curves) and their comprehensive analysis.

Keywords: thin-layer chromatography; densitometry; extract; peak area.

Найбільш поширеним дослідженням у практиці експертних установ є дослідження методом тонкошарової хроматографії (далі — ТШХ) — просте, доволі точне й відтворюване. У класичному варіанті ТШХ відбувається так: досліджувану речовину наносять на інертну пластину, де за адсорбційним механізмом відбувається її переміщення рухомою фазою в шарі сорбенту під дією капілярних сил. Ідентифікацію речовини проводять із

застосуванням стандартних речовин, які досліджують за значенням R_f (відношення відстані від лінії старту до центра плями до відстані, пройденої від лінії старту фронтом системи розчинників) і кольором плям.

Пропонуємо на рівні з проведенням класичної ТШХ застосовувати сканувальну денситометрію для інтерпретування результатів ТШХ і її аналізу. Принцип побудови денситометричних кривих заснований на

оцінюванні хроматограм, отриманих підйомом елюенту поверхнею сорбенту, що знаходяться на твердій основі, сканувальною комп'ютерною технікою (цифровою камерою, сканером). Інтенсивність забарвлення плями на пластині відповідає відносній інтенсивності на хроматографічному спектрі, а площа піка — опосередковано свідчить про концентрацію шуканої речовини у пробі [1].

Ми використовували речовини, які при елюванні на пластині утворюють тільки одну пляму певного кольору зі значенням R_f , що дорівнює 0,83—0,84. Водночас речовина, яка підлягала дослідженню, цілком не екстрагувала до розчину-аналіту.

Для раціонального вибору органічного розчинника та визначення екстрактивної здатності шуканої речовини застосовували вихідні екстракти, у яких розчинниками є ацетонітрил, хлористий метилен, ацетон, гептан,

гексан і диметилформамід. За 24 години екстрагування відбирали екстракт для здійснення ТШХ.

За результатами ТШХ (рис. 1 «а») побудовано денситометричні криві (рис. 1 «б»).

За результатами проведеного дослідження з'ясовано, що найбільша площа піків відповідає екстрактам, де як розчинники застосовано хлористий метилен і гептан. Водночас можливість ідентифікації шуканої речовини має ширший діапазон, аніж у разі застосування ацетонітрилу, ацетону, диметилформаміду та гексану. Подальші дослідження проводили на екстрактах, де як розчинник застосовували хлористий метилен.

Визначивши екстрактивну здатність шуканої речовини щодо органічного розчинника, можна визначити речовину в контрольних об'єктах експертних досліджень, які, імовірно, містять цю речовину.

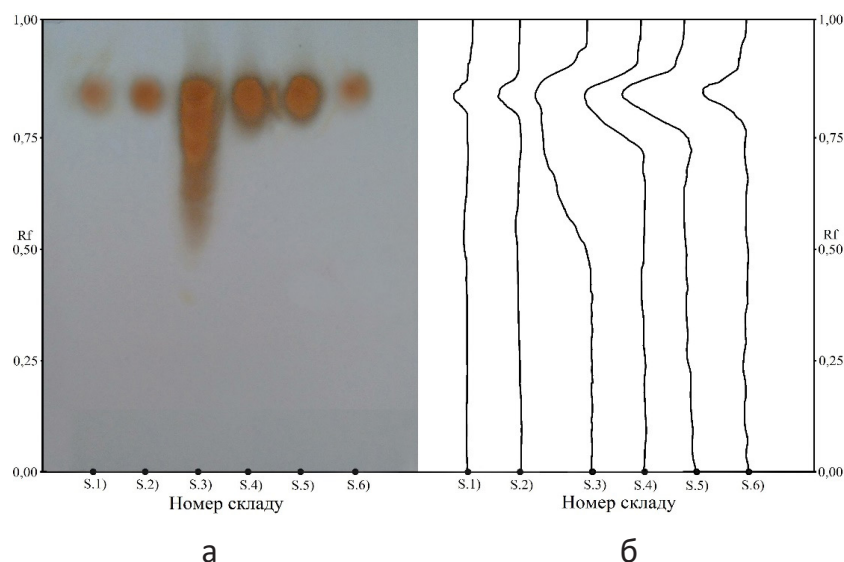


Рис. 1. Хроматографічна пластинка після активації (а) і денситометричні криві (б) залежно від різновиду органічного розчинника в екстрактах (S.1 — ацетонітрил, S.2 — ацетон, S.3 — хлористий метилен, S.4 — гептан, S.5 — гексан, S.6 — диметилформамід)

На рис. 2 наведено хроматографічну пластину та відповідні денситометричні піки контрольних об'єктів експертних досліджень, у яких прогнозується детектування шуканої речовини, визначеної в попередньому дослідженні (рис. 1).

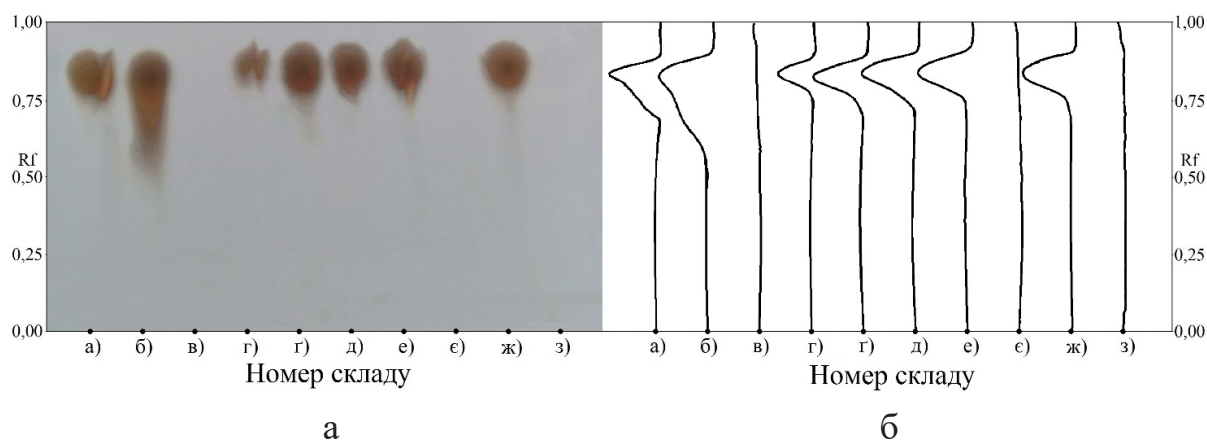


Рис. 2. Хроматографічна пластина після активації (а) і денситометричні криві (б) контрольних об'єктів експертних досліджень: (а) — об'єкт 1, (б) — об'єкт 2, (в) — об'єкт 3, (г) — об'єкт 4, (ґ) — об'єкт 5, (д) — об'єкт 6, (е) — об'єкт 7, (є) — об'єкт 8, (ж) — об'єкт 9, (з) — об'єкт 10

В об'єктах 3, 8, 10 шуканої речовини не виявлено, в об'єктах 1, 2, 4—7, 9 виявлено речовину, яка збігається за забарвленням зони та значенням R_f із зоною на хроматограмі шуканої речовини. За площею відповідних піків визначено, що найбільша концентрація шуканої речовини в екстракті об'єкта 2, найменша — в екстракті об'єкта 4, в екстрактах 1, 5—7, 9 — відносно однакова.

Аналогічно методом ТШХ можна визначити межі детектування шуканої речовини в контрольних об'єктах експертних досліджень. Концентрація екстрактів, які досліджували, змінювалась у межах від 0,0625 г/мл до 0,00003 г/мл.

На рис. 3 подано результати ТШХ та побудовані відповідні денситометричні криві залежно від концентрації розчинів-аналітів.

Після аналізу денситометричних кривих отримуємо так звану калібрувальну модель, за допомогою якої, співставляючи площі піків, можна визначити концентрацію шуканої речовини в кожному конкретному контрольному об'єкті експертних досліджень (рис. 2).

У результаті екстраполяції здобутих даних (рис. 2, 3) з'ясовано, що концентрація розчинів-аналітів контрольних об'єктів 1—10 експертних досліджень змінюється так: об'єкт 1 — 0,0676 г/мл; об'єкт 2 — 0,1307 г/мл; об'єкт 3 — 0,0000 г/мл; об'єкт 4 — 0,0078 г/мл; об'єкт 5 — 0,0744 г/мл; об'єкт 6 — 0,0608 г/мл; об'єкт 7 — 0,0653 г/мл; об'єкт 8 — 0,0000 г/мл; об'єкт 9 — 0,0676 г/мл; об'єкт 10 — 0,0000 г/мл.

У результаті досліджень сканувальною денситометрією результатів

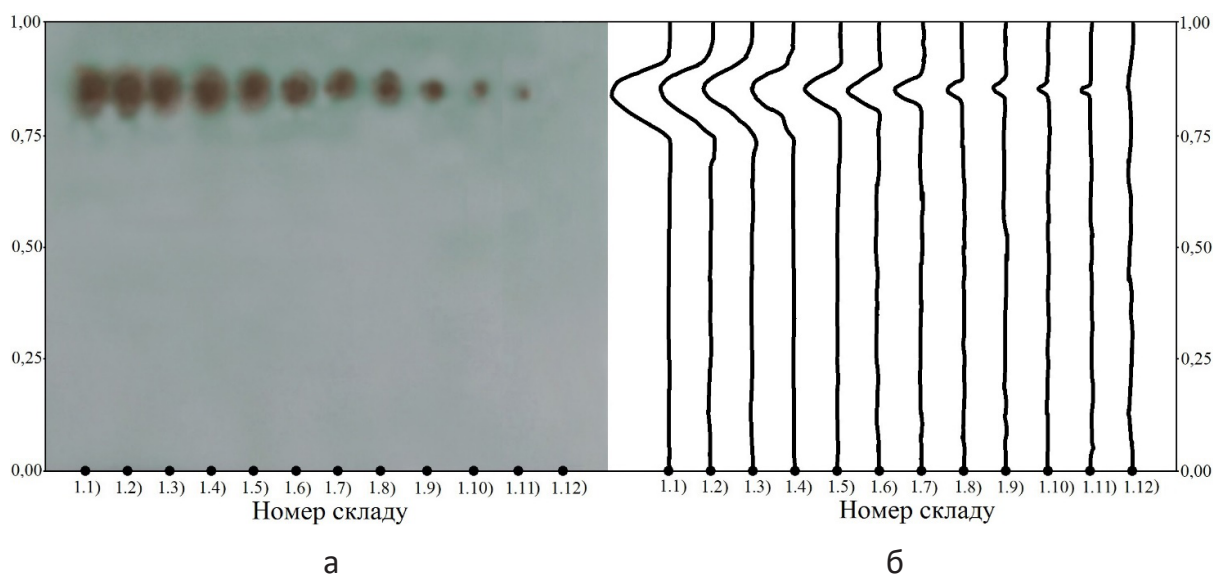


Рис. 3. Хроматографічна пластина після активації (а) і денситометричні криві (б) залежно від концентрації розчинів-аналітів (г/мл): 1.1 — 0,06250; 1.2 — 0,03130; 1.3 — 0,01560; 1.4 — 0,00780; 1.5 — 0,00390; 1.6 — 0,00190; 1.7 — 0,00098; 1.8 — 0,00049; 1.9 — 0,00024; 1.10 — 0,00012; 1.11 — 0,00006; 1.12 — 0,00003

ТШХ, за площею піка можна визначити:

- екстрактивну здатність шуканої речовини залежно від різновиду розчинника;
- концентрацію шуканої речовини в досліджуваному матеріалі;
- можливість визначення граничної концентрації шуканої речо-

вини в досліджуваному матеріалі.

Денситометричні криві хроматограм наочні, ними можна послуговуватися для аналізу значної кількості експериментальних даних методами порівняння та співставлення, що спрощує аналіз споріднених за своєю природою об'єктів дослідження.

Перелік джерел посилання

1. Хроматографічні методи розділення органічних сполук : метод. вказів. до вивч. курсу «Хроматографічні методи розділення органічних сполук» для студ. спец. «Хімічна

технологія органічних речовин» / уклад.: О. Г. Юрченко, В. М. Родіонов. Київ, 2008. 126 с. URL: <https://orgchem.kpi.ua/files/ChromMetUkr.pdf> (дата звернення: 24.09.2024).