

## Separáčn metody

MC230P51  
MC230P05N

Katedra analytick chemie  
Přirodovdeck fakulta  
Univerzita Karlova

Separáčn metody

8.1.1996  Pavel Coufal

## Studijn literatura

skripta

K. Štulk, J. Ševek, V. Packov,  
I. Jelnek, P. Coufal, Z. Boskov  
"Analytick separáčn metody"  
UK – Nakladatelstv Karolinum, Praha 2004 a 2005

webov strnky

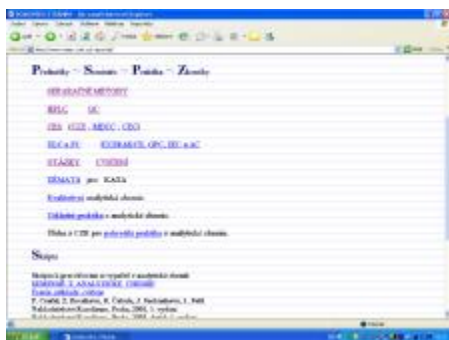
[www.natur.cuni.cz/~pcoufal](http://www.natur.cuni.cz/~pcoufal)

Separáčn metody

8.1.1996  Pavel Coufal

Literatura

<http://www.natur.cuni.cz/~pcoufal>



Separáčn metody

8.1.1996  Pavel Coufal

Studijn podklady

## Analytick chemie

Odpovd na otzky

Jak ltky se nachzej ve vzorku?

Jak je zastoupen tchto ltek ve vzorku?

Zjistte tedy

kvalitativn složení vzorku (tj. druh ltek) a

kvantitativn složení vzorku (tj. množství ltek).

Kvalitativn analza: dkaz, identifikace

Kvantitativn analza: stanoven

**Klasick analytick chemie** sražení a barevn sloučeniny,  
gravimetrie, volumetrie

**Instrumentln analytick chemie**

separáčn (dle) metody,  
spektrometrick metody a elektrochemick metody

Separáčn metody

8.1.1996  Pavel Coufal

vod do separáčnch metod

## Analytick separáčn metody

Jsou vetšinou založeny na **rozdln distribuci** dlench ltek mezi dv rzn nemsiteln fze.

Zvyšuj **selektivitu** a **specifinost** v analytick chemii.

Lze je využt pro **kvalitativn** i **kvantitativn** analzu (tj. dkaz, identifikaci a stanoven).

Separáčn metody

8.1.1996  Pavel Coufal

vod do separáčnch metod

## Přehled separáčnch metod

sražení, elektrodepozice

krystalizace, sublimace, destilace

centrifugace, dialza, extrakce

elektromigran metody

elektroforza, elektrochromatografie

chromatografie

**plynov** (GC) **adsorpn** a **rozdlovac**

**superkritick fluidn** (SFC)

**kapalinov** (LC)

kolonov (HPLC)

**adsorpn, rozdlovac, gelov, iontov vmnn, afinitn**

planrn (plošn)

**paprov** (PC) a **tenkovrstv** (TLC)

Separáčn metody

8.1.1996  Pavel Coufal

vod do separáčnch metod

## Základní pojmy

**Fáze** je homogenní část heterogenního systému oddělená od okolí ostrým **fázovým rozhraním**.  
mobilní a stacionární fáze

**Separace** (dělení) je proces oddělování jednotlivých složek nějaké směsi za účelem získání čistých složek.

**Adsorpce** je děj probíhající na fázovém rozhraní tekutina/pevná fáze, při němž se na povrchu pevné fáze koncentruje jedna nebo více složek tekuté fáze.  
adsorbent a adsorbát

**Absorpce** (rozpuštění) je děj probíhající na fázovém rozhraní, při němž dochází k nahromadění látky nebo látek uvnitř kondenzované fáze.  
absorbent a absorbát

Separční metody

8.1.1996 © Pavel Coufal

Úvod do separačních metod

## Další základní pojmy

**Sorpce** je společné označení adsorpce a absorpce. Je reverzibilní a jejím opakem je **desorpce**.  
sorbent a sorbát

Při **chemisorpci** se uplatňují nejen fyzikální síly, ale i síly chemické. Obecně je **ireverzibilní**.

**Fázová rovnováha** je stav soustavy, při němž jsou všechny její fáze v rovnováze.

**Distribuce** (rozdělování) je jev, při němž se látka rozděluje mezi dvě fáze, které jsou ve vzájemném styku.

**Rozdělovací rovnováha** je stav soustavy, při kterém se množství jednotlivých látek ve všech částech soustavy již nemění.

Separční metody

8.1.1996 © Pavel Coufal

Úvod do separačních metod

## Gibbsův zákon fází

vyjadřuje vztah mezi veličinami charakterizujícími heterogenní soustavu

$$f + v = s + 2$$

**f** je počet fází

**s** je počet složek

**v** je počet stupňů volnosti tj. intenzivních veličin, které lze zvolit, aniž by se změnil počet fází

Příklad

dvě nemísitelné kapaliny (např. voda a hexan)

jedna látka rozpuštěná v obou kapalinách (např. fenol)

neuvažujeme plynnou a pevnou fázi

$f = 2$  (dvě kapalné fáze)

$s = 3$  (voda, hexan, fenol)

$v = 3$  ( $T$ ,  $p$ ,  $c$ (fenolu) v jedné fázi)

Separční metody

8.1.1996 © Pavel Coufal

Úvod do separačních metod

## Některé veličiny

Termodynamická a koncentrační rozdělovací konstanta

$$K_{D,x} = \frac{(a_x)_1}{(a_x)_2} \quad K'_{D,x} = \frac{[x]_1}{[x]_2}$$

Rozdělovací poměr, distribuční koeficient

$$D_{c,x} = \frac{(c_x)_1}{(c_x)_2} \quad D_{m,x} = \frac{(m_x)_1}{(m_x)_2} = \frac{(n_x)_1}{(n_x)_2} = \frac{V_1}{V_2} \cdot D_{c,x}$$

Separční faktor

$$\alpha_{i,j} = \frac{D_{c,i}}{D_{c,j}}$$

Separční metody

8.1.1996 © Pavel Coufal

Úvod do separačních metod

## Další veličiny

Výtěžek dělení

$$R_x = \frac{(m_x)_1}{(m_x)_1 + (m_x)_2} = \frac{(n_x)_1}{(n_x)_1 + (n_x)_2}$$

Procento extrakce

$$E_x = R_x \cdot 100\%$$

Obohacovací faktor

$$S_{i,j} = \frac{R_i}{R_j}$$

Separční metody

8.1.1996 © Pavel Coufal

Úvod do separačních metod

## Rozdělení separačních metod podle druhu fází

plyn → plyn: **tepelná difuze**

plyn → kapalina: **GLC, headspace metody**

plyn → pevná látka: **GSC**

kapalina → plyn: **destilace**

kapalina → kapalina: **LLC, LLE, dialýza, ultrafiltrace**

kapalina → pevná látka: **LSC, srážení (precipitace), elektrodepozice, krystalizace**

pevná látka → plyn: **sublimace**

pevná látka → kapalina: **zónové tavení, loužení**

Separční metody

8.1.1996 © Pavel Coufal

Úvod do separačních metod

## Rozdělení separačních metod podle mechanismu separačního procesu

### mechanický princip separace

podle velikosti: dialýza, filtrace, ultrafiltrace, GPC, GSC  
podle hustoty: centrifugace a ultracentrifugace

### fyzikální princip separace

rozdělování: GSC, GLC, LSC, LLC, LLE  
změna stavu: destilace, sublimace, krystalizace  
migrační: elektroforéza

### chemický princip separace

změna stavu: srážení, elektrodepozice  
iontová výměna: IEC  
specifická vazba: afinitní chromatografie

Separací metody

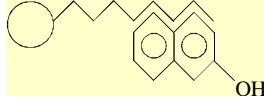
8.1.1996 © Pavel Coufal

Úvod do separačních metod

## Druhy interakcí

### a) disperzní síly (London)

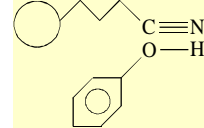
indukovaný dipól – indukovaný dipól



### 1. van der Waalsovy síly

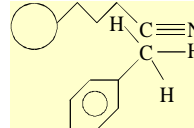
### b) orientační síly (Keesom)

dipól – dipól



### c) indukční síly (Debye)

dipól – indukovaný dipól



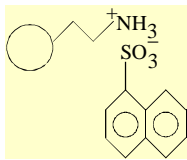
Separací metody

8.1.1996 © Pavel Coufal

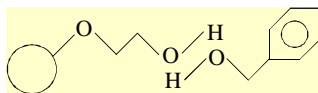
Úvod do separačních metod

## Další interakce

### 2. elektrostatické síly (Coulomb)



### 3. vodíková vazba



Separací metody

8.1.1996 © Pavel Coufal

Úvod do separačních metod

## Obecné pravidlo interakcí

Similia similibus solventur.  
Podobné v podobném rozpouštěji.  
Podobné se rozpouští v podobném.

### hydrofobní látky

Nepolární látky se lépe rozpouštějí v nepolárních rozpouštědlech a adsorbují na nepolárních površích.

### hydrofilní látky

Polární látky se lépe rozpouštějí v polárních rozpouštědlech a adsorbují na polárních površích.

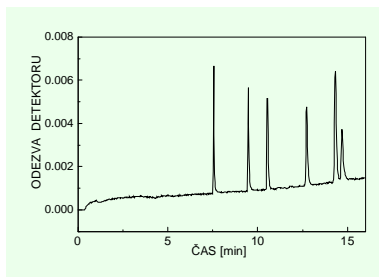
Separací metody

8.1.1996 © Pavel Coufal

Úvod do separačních metod

## Chromatogram

základní linie  
šum  
drift  
eluční křivka  
neboli pik



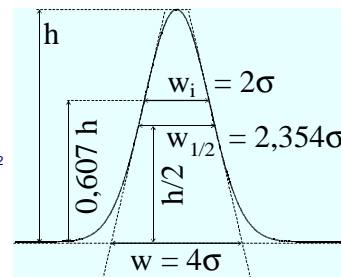
Separací metody

8.1.1996 © Pavel Coufal

Úvod do separačních metod

## Pík a jeho popis

plocha píku, A  
výška píku, h  
šířka píku, w  
pološířka píku,  $w_{1/2}$   
retenční čas,  $t_R$   
migrační čas,  $t_{mig}$



Separací metody

8.1.1996 © Pavel Coufal

Úvod do separačních metod

## Chromatografie

je **separační** (dělící) a současně i **analytická** metoda, tj. poskytuje **kvalitativní** a **kvantitativní** informaci o vzorku.

využívá distribuce látek mezi dvě fáze:

**mobilní** (pohyblivou) a **stacionární** (nepohyblivou)

*různá hlediska dělení chromatografie*

1. povaha mobilní fáze: **plynová** (GC), **kapalinová** (LC)
2. způsob provedení: **kolonová** (sloupcová), **plošná** (planární)
3. princip separace: **rozdělovací**, **adsorpční**,  
iontově výměnná, gelová
4. pracovní provedení: **eluční** (analytická chemie),  
frontální, vytěšňovací
5. účel: **analytická**, **preparativní** (preparační)

## Označení chromatografických technik

**Plynová** chromatografie

**GLC** plynová rozdělovací chromatografie

**GSC** plynová adsorpční chromatografie

**Kapalinová** chromatografie

**Sloupcová** chromatografie

**LLC** kapalinová rozdělovací chromatografie

**GPC** gelová permeační chromatografie

**LSC** kapalinová adsorpční chromatografie

**IEC** iontově výměnná chromatografie

**Planární** chromatografie

**PC** papírová rozdělovací chromatografie

**TLC** tenkovrstvá rozdělovací chromatografie

**TLC** tenkovrstvá adsorpční chromatografie