

Ételszínezékek minőségi azonosítása papírkromatográfiás módszerrel

A módszer elve:

A kromatográfia dinamikus szorpciós-deszorpciós folyamatokon alapuló, nagy hatásosságú elválasztási módszer. A vizsgálandó minta un. vivő, fluid-fázis segítségével áramlik keresztül egy alkalmasan megválasztott álló (helyhez kötött) fázison.

A papírkromatográfiás módszer elsősorban a minőségi összetétel gyors ellenőrzésére alkalmas, az adszorpciós kromatográfia legegyszerűbb fajtája.

A papírkromatográfiás vizsgálat módja:

Feladat:

A vizsgálatra kapott 2-féle ételszínezéket tartalmazó keverék minőségi azonosítása a papírkromatográfiás felszerelésben található 4-féle ételszínezék felhasználásával.

Az azonosítás menete:

1. 2 db. megfelelően kiválasztott és méretre vágott kromatográfiás papíron ceruzával berajzoljuk a startvonalat a papír alsó szélétől számított 2,5 cm-re, mert tapasztalat szerint innen kezdődően számíthatunk arra, hogy a színezékeket szállító mozgó-fázis „felszállása” közelítően lineáris lesz. A papír méretre vágásakor ügyeljünk arra, hogy a futtatás a papír szálirányának megfelelően történjen!
2. A startvonalon kijelöljük a színezékoldatok felcseppentési helyét (startpont). A startpontok alatt megnevezzük a felcseppentendő színezékeket, majd azok 1%-os vizes oldatából üvegapilláris segítségével 4-6 mm átmérőjű foltot cseppentünk fel a következő módon:
 - Az egyik kromatográfiás papírra egymástól azonos távolságra felcseppentünk 1-1 cseppet az ismert színezékekből és 1 cseppet a mintából.
 - A másik kromatográfiás papírra az előbbivel azonos módon cseppentek 1-1 cseppet a másik két ismert színezékből és 1 cseppet a mintából.
3. A színezékfoltok felcseppentése és megszáradása után a papír színezék felőli oldalára műanyag fóliát helyezünk és ezzel együtt feltekerjük, majd egy műanyag hengerrel rögzítjük.
4. -A tekercset alkalmas oldószer-eleggyel töltött „futtató-tálba” tesszük úgy, hogy a futtatószer ne érje el a startvonalat (kb. 1cm-re érjen bele a papír az oldószerbe). A papírt üveglapok közé helyezük és üveghengerrel leszorítjuk.
5. A futtatótálat lefedjük és zavarmentes helyen addig folytatjuk a futtatást, amíg az oldószer a papírnak kb. 4/5-éig felszívódik. (kb. 2 óra)Ügyeljünk arra, hogy az edény fedele jól záródjon, az oldószer gőzei ne távozhassanak el és lehetőség szerint biztosítani tudjuk a kromatografáló tér gőzzel való telítettségét és állandó összetételét. Ebben a térben tartjuk

mindaddig, míg megfelelően kialakul a kromatogram, tehát az oldószer-elegy frontja közel a papír széléig emelkedik, illetve, ami a leglényegesebb: a színezékek foltja különböző magasságig száll fel, s a színezék-keverékek különböző komponenseinek saját színei megjelennek a kromatogramon. Ez a szakasz a kromatografálás fő fázisa, az ún. kromatogram kifejllesztés.

6. A futtatás befejezése után a papírt kivesszük a tálból (csipesz, kesztyű), ceruzával bejelöljük az oldószer frontmagasságot (oldószer felfutási magassága), és a nedves papírt fülke alatt, elszívás mellett megszárazítjuk.
7. A foltok helyét pontosan meghatározzuk (S_1), és lemérjük a fronttávolságot (S_2).
8. Kiszámoljuk az R_f - (relatív futtatás) értékét 3-tizedes pontossággal.
$$R_f = S_2 / S_1$$
9. Az R_f - értékek és a színek alapján azonosítjuk az ételszínezékeket.

A kromatogramok értékelésének szempontjai:

Csak azok a kromatogramok értékelhetők, amelyek eleget tesznek az alábbi követelményeknek:

1. A színfoltok nem lehetnek csóvaszerűek, túlságosan elhúzódtak. (Ideális esetben kör-, ill. ellipszis alakúak.)
2. Színezék-keverékek kromatogramján a komponens-foltok esetleges érintkezésénél ne legyen keverékszín, mert ez a megbízhatóságot erősen csökkenti.
3. A startvonalon maradó, vagy az oldószer-elegy frontjának közelében elhelyezkedő foltok általában nem értékelhetők.
4. A hasonló színű, de különböző színezékek R_f - értékei határozottan különbözzenek egymástól.

A kromatográfias papírral szemben támasztott minőségi követelmények:

1. Nagy legyen a nedvszívó képessége, kielégítő szilárdságú legyen (nedvesen ne szakadjon könnyen!)
2. Kevés szennyező anyagot tartalmazzon, hamutartalma kicsi legyen.
3. A papír megfelelő sűrűségű legyen (a lassan választó, sűrűbb papírszövet élesebb elválasztást ad).
4. A papír vastagsága megfelelő legyen, elég nedvességet tudjon magába szívni.