

薄层色谱实验及其教学方法改进

方文彦,包倩倩

(淮南师范学院 化学与化工系,安徽,淮南,232001)

摘要:通过对溶剂的种类与用量及展开剂的组分与比例的考察,筛选出了用甲醇作溶剂,用乙酸乙酯、异丙醇、冰醋酸和水的混合溶液(体积比为9:2:1:3)作展开剂,并改进了教学方法。

关键词:薄层色谱;展开剂;教学方法

中图分类号: O62-45 **文献标识码:** A **文章编号:** 1672-447X(2010)03-0132-03

0 引言

薄层色谱(TLC)是一种微量分离分析技术,具有样品用量少,分离效果好、快速、简便等特点,常用于以下5方面。

1.为柱色谱选择合适的展开剂,监视柱色谱分离状况和效果。

2.检测反应过程,反应副产品产物的检查,中间体分析。

3.中草药、药材及其制剂真伪的检查、质量控制和资源调查。

4.化学药品及制剂杂质的检查。

5.临床和生化检验以及毒物分析等。^[1]

薄层色谱(TLC)的分离原理是组分不断被吸附剂吸附,又被展开剂溶解而解吸附,且随之向前移动。由于吸附剂对不同组分有不同的吸附能力,展开剂对不同组分有不同的溶解、解吸附能力,当展开剂不断展开,各组分在吸附剂和展开剂之间发生连续不断的吸附、解吸附而产生差速迁移得到分离。薄层色谱与其他色谱方法相比,突出的优点是流动相的选择具有很大的灵活性。薄层色谱法中的流动相称为展开剂,展开剂选择的目的是使绝大部

分样品的 R_f 值位于 0.2-0.8 之间并达到较好的分离。选择展开剂,要依据试样的性质、吸附剂的性质,再选择适当极性的流动相。^[2]

薄层色谱(TLC)分离分析技术是本科学学生学习有机化学实验必须掌握的,通常是学习分离圆珠笔芯油的实验来掌握这种分离技术。

在《有机化学实验》^[3]中,用薄层色谱法分离圆珠笔芯油的实验,通过几年教学中学生做实验的结果看,效果不够理想。针对这个问题,探讨了用薄层色谱分离圆珠笔芯油的实验及其教学方法的改进,这对今后的实验教学具有一定的参考价值。

1 实验方法改进

1.1 实验部分

1.1.1 实验材料、试剂和仪器

材料:白金牌蓝色圆珠笔芯(市场购得)。

试剂:乙酸乙酯、异戊醇、正丁醇、异丙醇、甲醇、冰醋酸、无水乙醇、薄层层析硅胶 G 和羧甲基纤维素钠均为分析纯,购于上海试剂厂。

仪器:恒温干燥箱、烧杯、玻璃板(4×14cm)、广口瓶、移液管、封口玻璃毛细管(内径 0.9-1.1mm)。

1.1.2 实验方法

来稿日期:2009-11-20

基金项目:淮南师范学院精品课程建设基金资助(JPKC200901)

作者简介:方文彦(1963-),安徽淮南人,淮南师范学院高级工程师,硕士,研究方向为应用化学、药物分析。

1.1.2.1 展开剂组分的筛选

考虑样品的极性、溶解度和吸附剂的活性等因素,并参考已有文献资料,确定对较常用的两种展开剂1号(正丁醇:乙醇:水=9:3:1)、2号(乙酸乙酯:异丙醇:冰醋酸:水=2:9:1:3)进行筛选。

样品制备:^[4]剪取0.5cm长圆珠笔芯,浸入1mL的甲醇中溶解,得到圆珠笔芯油的溶液备用。

薄板的制备、点样及展开:^[5,6]将4×14cm玻璃板充分洗净、烘干。称取15g硅胶G,放入50mL烧杯中,加入35mL质量分数为0.0625%的羧甲基纤维素钠,并用玻璃棒朝一个方向搅动,调成稀浆状,立即用平铺法铺板(薄层厚度约0.25mm),在室温下晾干后,再放入105℃-110℃的干燥箱中活化30min。取出活化好的薄板,置干燥器中冷却备用。

用铅笔分别在距离薄板上、下端1cm处轻轻划一横线,用毛细管在下线上点3-4个样品点(重复点样需待前次样点干后再点),样点直径不得超过2mm,样点间距应为1-1.5cm。

分别在两个广口瓶中加入1号、2号展开剂,用塑料薄膜封好瓶口,摇动使广口瓶中的蒸气达到饱和。展开剂预饱和20min后,将样点已干燥后的薄层板放入广口瓶,下端浸入展开剂中,展开剂高度不应超过薄层板的0.5cm。待展开剂前沿到达上线时,取出薄板,分别量取溶质的最高浓度中心至原点中心的距离和展开剂前沿到原点中心的距离,计算 R_f 值(注: $R_f=a/b$ =溶质的最高浓度中心至原点中心的距离/展开剂前沿到原点中心的距离)。

1.1.2.2 展开剂组分配比的确定

在广口瓶中加入不同配比的2号展开剂进行展开,实验方法同1.1.2.1。

1.1.2.3 溶剂种类的筛选

取0.5cm长圆珠笔芯5段,分别加入甲醇、乙醇、正丁醇、异戊醇、甲醇+环己烷(1:1)各2mL溶解,得圆珠笔芯油溶液。用展开剂(乙酸乙酯:异丙醇:冰醋酸:水=9:2:1:3)进行展开,方法同1.1.2.1。

1.1.2.4 溶剂用量的确定

取0.5cm长圆珠笔芯4段,分别加入1mL、2mL、3mL、4mL甲醇溶解,得到圆珠笔芯油的溶液。展开方法同1.1.2.3。

1.2 结果与讨论

通过大量的实验,成功地筛选出了分离圆珠笔芯油的展开剂的组分和配比为乙酸乙酯:异丙醇:冰醋酸:水=9:2:1:3,溶剂的种类和用量为用1mL的甲醇溶解0.5cm长的圆珠笔芯油。实验现象明显(如图1),建议在以后的实验教学中推广使用。

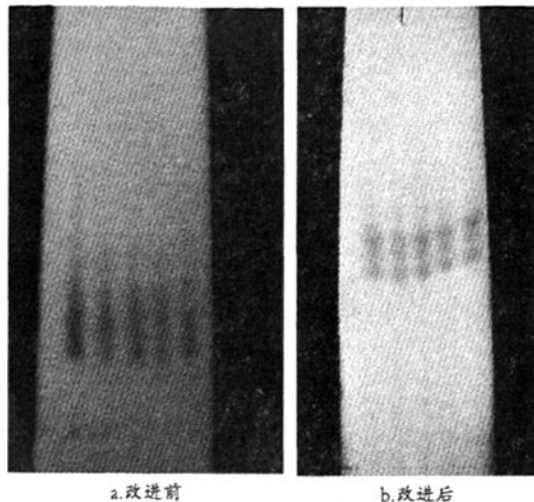


图1 改进前后实验结果的对比

2 教学方法改进

2.1 预习

提前布置学生预习色谱法的原理,薄层色谱、柱色谱、纸色谱、气相色谱、高效液相色谱之间的异同及各种色谱法的优缺点、适用范围,薄层色谱展开剂的选择原则,查资料收集影响薄层色谱分离效果的各种因素,完成预习报告。

2.2 讨论

实验前组织学生讨论所预习的内容,学生交流预习心得,互相提问、解答,预期各种影响因素可能产生的实验现象。

2.3 实验操作

在做实验时要求学生:

- 1.用颗粒大小不同的硅胶铺不同厚度、厚薄不均匀的薄层;
- 2.用不同的时间活化薄层板;
- 3.在同一块薄板上分别点大小和浓度不同、样点相距为1-1.5cm和小于1cm的样点;
- 4.用不同的展开剂进行展开(实验按1.1.2.1操作);
- 5.将样点浸入展开剂、展开剂高度不超过薄层

板 0.5cm。

以观察各种因素对薄层色谱分离效果的影响。

2.4 实验报告

要求学生在实验报告中描述各种不同因素影响薄层色谱分离效果的实验现象, 并进行分析总结。

这样, 避免了学生实验前不好好预习, 实验时照方抓药, 以葫芦画瓢, 只知其然, 不知其所以然, 写实验报告时照抄书本, 以致什么也没学到的结果。实践证明, 用这种方法教学, 学生通过做薄层色谱分离实验, 可掌握许多色谱法分离的知识, 教学效果显著。

参考文献:

- [1]胡海英, 施秀芳, 张正全. 薄层色谱操作的一点体会[J]. 现代食品与药品杂志, 2007, (1): 78-79.
- [2]罗超, 曾娅莉. 实例浅析薄层色谱展开剂的选择[J]. 中国西部科技, 2006, (30): 49.
- [3]高占先. 有机化学实验[M]. 北京: 高等教育出版社, 2007: 51-54.
- [4]赵鹏程, 崔岚, 夏丛立. 薄层色谱法鉴别圆珠笔油墨[J]. 广东公安科技, 2001, (1): 20-22.
- [5]王清廉, 沈凤嘉. 有机化学实验[M]. 北京: 高等教育出版社, 2005: 105-106.
- [6]张铁垣. 化验工作实用手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003: 515-516.

责任编辑: 胡德明

Experimental and Teaching Improvement of Thin Layer Chromatography

Fang Wenyang, Bao Qianqian

(Department of Chemistry and Chemical Engineering, Huainan Normal University, Huainan 232001, China)

Abstract: Through a detailed investigation into the categories and the amount of solvents as well as compositions and proportions of developers, methanol was selected to serve as the solvent, at the same time, ethyl acetate, isopropyl alcohol, glacial acetic acid and the water (their volume ratio was 9:2:1:3) were selected to act as developers. Meanwhile, the teaching methods were improved.

Key words: thin layer chromatograph; developer; teaching method

薄层色谱实验及其教学方法改进

作者: [方文彦](#), [包倩倩](#), [Fang Wenyan](#), [Bao Qianqian](#)
 作者单位: [淮南师范学院, 化学与化工系, 安徽, 淮南, 232001](#)
 刊名: [黄山学院学报](#)
 英文刊名: [JOURNAL OF HUANGSHAN UNIVERSITY](#)
 年, 卷(期): 2010, 12(3)
 被引用次数: 0次

参考文献(6条)

1. [胡海英, 施秀芳, 张正全](#). [薄层色谱操作的一点体会](#) 2007(1)
2. [罗超, 曾娅莉](#). [实例浅析薄层色谱展开剂的选择](#) 2006(30)
3. [高占先](#). [有机化学实验](#) 2007
4. [赵鹏程, 崔岚, 夏从立](#). [薄层色谱法鉴别圆珠笔油墨](#) 2001(1)
5. [王清廉, 沈凤嘉](#). [有机化学实验](#) 2005
6. [张铁垣](#). [化验工作实用手册](#) 2003

相似文献(10条)

1. 期刊论文 [蒲清荣, 赵剑, 颜章龙, PU Qing-rong, ZHAO Jian, YAN Zhang-long](#). [优选胃炎颗粒中黄芪甲苷薄层色谱展开剂 -西部医学2008, 20\(4\)](#)

目的 从黄芪甲苷六种薄层色谱展开剂中, 优选胃炎颗粒中黄芪甲苷薄层色谱展开剂. 方法 采用薄层色谱法, 以比移值(Rf)为指标, 优选胃炎颗粒中黄芪甲苷薄层色谱展开剂. 结果 最佳薄层色谱展开剂为: 三氯甲烷-甲醇-水(13:7:2)下层溶液. 结论 所选择的黄芪甲苷薄层色谱展开剂稳定可行.

2. 期刊论文 [王琳, 安学锋, WANG Lin, AN Xuefeng](#). [虫草菌丝体薄层色谱中两种展开剂的选择 -中国当代医药](#) 2009, 16(16)

目的: 对虫草菌丝体薄层色谱中两种展开剂的选择. 方法: 采用薄层色谱法, 选择两种不同极性的展开剂进行比较. 结果: 极性大的展开剂II定性、定量点样均分离出3个斑点, 展开剂I未达到分离效果. 结论: 极性大的展开剂优于极性小的展开剂.

3. 期刊论文 [白桦, 罗艳花, 王俊茹, 王蕊, 金秋茹](#). [薄层色谱展开剂的回收再利用 -天津化工2001\(4\)](#)

本文通过对实验室回收的薄层色谱展开剂的再次实验所得数据与新配制的展开剂实验所得数据进行比较, 指出薄层色谱展开剂是可以再次利用, 且分离效果较好. 这样不仅可以节省实验经费, 而且有利于环境保护, 减少环境污染.

4. 学位论文 [庞艳玲](#). [薄层色谱-紫外可见分光光度法在苏丹红检测中的研究与应用](#) 2006

苏丹红是一类化工染料, 非天然色素, 属于偶氮染料, 因其结构式不同, 分为I~IV号, 其中苏丹红I和苏丹红II属于单偶氮化合物, 苏丹红III和苏丹红IV属于重偶氮化合物. 该类化合物在降解过程中会产生具有毒性的苯胺和萘酚, 属于可疑致癌物. 由于苏丹红染色鲜艳, 不易褪色, 曾被非法作为食品添加剂使用. 我国以及欧盟严令禁止, 在食品中不得检出. 检测苏丹红的方法主要有: 高效液相色谱法、液质联用法和气质联用法. 上述方法需要大型仪器, 检测成本高, 并且因为食品种类繁多, 基体复杂, 对实验条件要求苛刻, 因此建立一种简便测定苏丹红染料的分析方法, 并应用于实际, 具有重要的现实意义.

本文利用薄层色谱预先分离提取, 然后用紫外可见分光光度法检测, 完成了苏丹红I~IV号的测定, 建立了薄层色谱-紫外可见分光光度法测定苏丹红I~IV号的分析方法. 论文分为五章, 第一章对苏丹红染料的性质、结构、制备及检测方法进行了综述. 第二章为薄层色谱-紫外可见分光光度法测定食品中的苏丹红I; 第三章为薄层色谱-紫外可见分光光度法同时测定食品中的苏丹红I、II; 第四章为薄层色谱-紫外可见分光光度法同时测定食品中的苏丹红III、IV; 第五章为薄层色谱-紫外可见分光光度法同时测定食品中的苏丹红I、II、III、IV. 论文主要研究了展开剂的选择、样品的预处理、对测定条件进行了优化, 建立了分别和同时测定苏丹红I~IV号的分析方法, 试验了干扰因素对测定的影响, 测得了方法的线性范围和检出限, 试验了回收率, 对测定结果与国家标准方法进行了对照, 结果满意.

对苏丹I~IV号的检测, 欧洲“健康与消费者保护综合委员会”已经制定并公布了标准检测方法. 我国也颁布国家标准GB/T19681-2005《食品中苏丹红染料的检测方法, 高效液相色谱法》. 近来, 对食品中的苏丹红的检测备受关注. 由于食品等基体复杂, 对检测苏丹红干扰严重. 本文的特点是从苏丹红化合物的结构和性质出发, 先用薄层色谱展开, 使苏丹红与基体分离, 消除了基体的干扰, 提高了分析准确度; 同时使用易于普及的紫外可见分光光度计检测, 成本低, 易于操作, 体现了方法操作简单, 分离效率高, 易于普及的特点.

5. 期刊论文 [罗超, 曾娅莉](#). [实例浅析薄层色谱展开剂的选择 -中国西部科技2006\(30\)](#)

薄层色谱是一种简便、快速的微量色谱方法, 本文通过实例简单讨论薄层色谱展开剂的选择.

6. 会议论文 [张子忠, 张艺兵](#). [反相离子对薄层色谱中展开剂的优化](#) 1995

7. 期刊论文 [何志昂, 王权](#). [浅谈TLC中展开剂的选择 -中国高新技术企业2009\(7\)](#)

展开剂是平面色谱法中作流动相的液体. 展开剂的主要任务是溶解被分离物质在吸附薄层转移分离物质, 使各组分的Rf值在0.2~0.8之间, 并对被分离物质要有适当的选择性. 文章综述了薄层色谱的展开剂根据样品本身的性质以及吸附剂的类型而选择的各种理论以及对相关分析介绍的描述, 以便快速、简便地选择展开剂.

8. 期刊论文 [罗音久, 曾忠良](#). [脑得生片中阿魏酸薄层色谱鉴别展开剂的选择 -时珍国医国药2009, 20\(4\)](#)

目的 筛选脑得生片中阿魏酸薄层色谱鉴别的展开剂. 方法比较6种不同的展开剂系统的展开效果. 结果 以甲苯-三氯甲烷-醋酸乙酯-冰醋酸(6:5:2:1)作展开剂, 分离效果好, 斑点清晰. 结论此展开剂专属性强, 重复性好.

9. 学位论文 [刘清洁](#). [Syn型两性加脂剂主要乳化剂组分的分离与结构表征](#) 1997

该文研究了Syn型两性合成加脂剂的组成及其乳化剂的结构. 首先采用改进的Craske-Humphries萃取分离法得到了乳化剂部分. 在TLC条件摸索的基础

上,确定了以三氯甲烷-甲醇共沸物为展开剂、硅胶为吸附剂的色谱条件分离乳化剂部分, TLC谱图显示至少含七种组份. 进一步采用LSC法,以三氯甲烷-甲醇为洗脱体系进行梯度洗脱,分离出了主要乳化剂组分. 通过定性检验、元素分析和 IR、¹H-NMR等分析手段对主要乳化剂组分进行了结构表征. 该论文所提供的分离、检测方法,可供皮革加脂材料研究者借鉴. 为有效地监控合成过程,提高皮革加脂剂的档次,加深对皮革加脂剂性能的了解,做了有益的探索.

10. 会议论文 [康纯, 闻利毓, 丁仲伯, 郭荣, 朱霞石. 微乳薄层色谱用于黄连类药物分离鉴定的研究](#) 1999

目的: 研究探讨微乳薄层色谱法在分离鉴定黄连类药物听应用. 方法: 以6种SDS-正丁醇-正庚烷-水微乳液作为展开剂, 通过聚酰胺薄层层析, 分离和检测13种黄连药材、饮片及中成药中的有效成分生物碱, 考察了微乳液类型对分辨率的影响. 结果: 含水量75% (O/W型) 微乳液为适宜的展开剂. 与常用展开剂比较, 实验条件宽容, 分离效果理想, 检测灵敏度显著提高. 结论: 建立一种新型的色谱技术, 可以简便、准确、高效地分离和鉴定黄连类药物.

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_hsxxyb201003040.aspx

授权使用: 黄山学院学报(qkhsxy), 授权号: 193b8bfbd949-4393-aa02-9ebd00b0ce1f

下载时间: 2011年4月6日