

浙江大学 实验报告

学号

专业: 混合班

姓名: _____

学号: _____

日期: 2025年5月13日

地点: 紫金港化学实验中心 209

课程名称: 普通化学实验(乙)

指导老师: 车海燕

成绩: _____

实验名称: 镇痛药百服宁、散利痛的薄层分析

实验类型: _____

同组学生姓名: _____

一、实验目的和要求(必填)

二、实验内容和原理(必填)

三、主要仪器设备(必填)

四、操作方法与实验步骤

五、实验数据记录和处理

六、实验结果与分析(必填)

七、讨论、心得

一、实验目的

- (1) 理解薄层色谱法的原理及应用;
- (2) 掌握薄层色谱法的实验操作技术;
- (3) 了解对多组分混合物中各组分分析的一般方法。

二、实验原理

色谱分析是利用不同物质在两相(流动相和固定相)中具有不同的分配系数,当两相作相对运动时,这些物质在两相中进行多次反复的分配来达到分离的目的。

按其操作方式的不同,可以分为柱色谱、纸色谱和薄层色谱。

薄层色谱法(缩写TLC),是利用吸附剂对混合物各成分的吸附能力不同,在展开剂作用下,它们发生解吸的速度不同,迁移的速度也不同,从而得以分离。

TLC法设备简单,分析速度快,分离效率高,结果直观,可用作定性和定量的方法。也可结合其他谱学分析方法确定各组分的结构。

1. 制板

将一定粒度的吸附剂均匀地涂铺在表面光洁的玻璃板或塑料平板上,经活化,制成薄层板。

2. 点样

把待分析试样的溶液滴加在薄层板的起始线上。

3. 展开

把薄层板放入层析缸中,底端浸入适当展开剂。展开剂可以是单一溶剂或多元混合溶剂。

展开过程中,组分在两相之间发生多次吸附-解吸平衡,吸附强的组分随展开剂移动慢,吸附弱的组分随展开剂移动快,一段时间后,组分被分离,各组分在薄层板上形成不同距离的斑点。

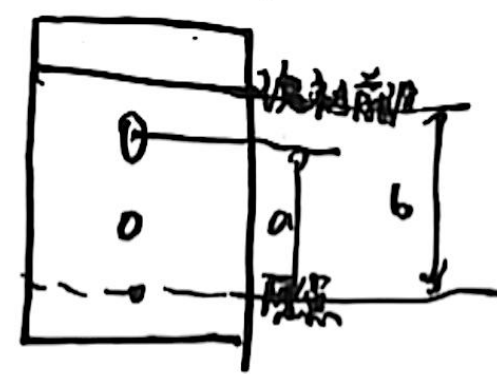
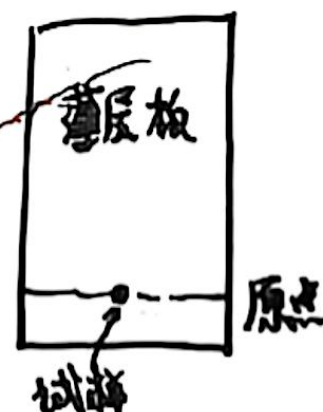
4. 鉴定

物质在薄层板上移动速度常用比移值(R_f 值)表示: $R_f = \frac{\text{样品斑点中心至原点的距离}}{\text{溶剂前沿至原点的距离}} = \frac{a}{b}$

R_f 值相差越大,分离越好。一般要求分离后组分的 R_f 值在0.2~0.8之间,各组分的 R_f 值之差应大于0.05,以防斑点重叠。

5. 吸附剂(固定相)的选择

常用的吸附剂:硅胶、氧化铝、聚酰胺、活性炭和大孔吸附树脂等。吸附剂的选择要合适,与流动相、被分离化合物不反应。



CS 扫描全能王
3亿人都在用的扫描App

实验名称: 镇痛药百服宁、散利痛的薄层色谱分析 姓名: _____

学号: _____

6. 展开剂(流动相)的选择

对于极性较小的被分离试样组分,应选用活性较强的吸附剂,极性较小的展开剂;对于极性较大的被分离试样组分,应选用活性较弱的吸附剂,极性较大的展开剂。

对于容易分离的化合物,用单一溶剂展开。优点:溶剂简单,分离显现性好。

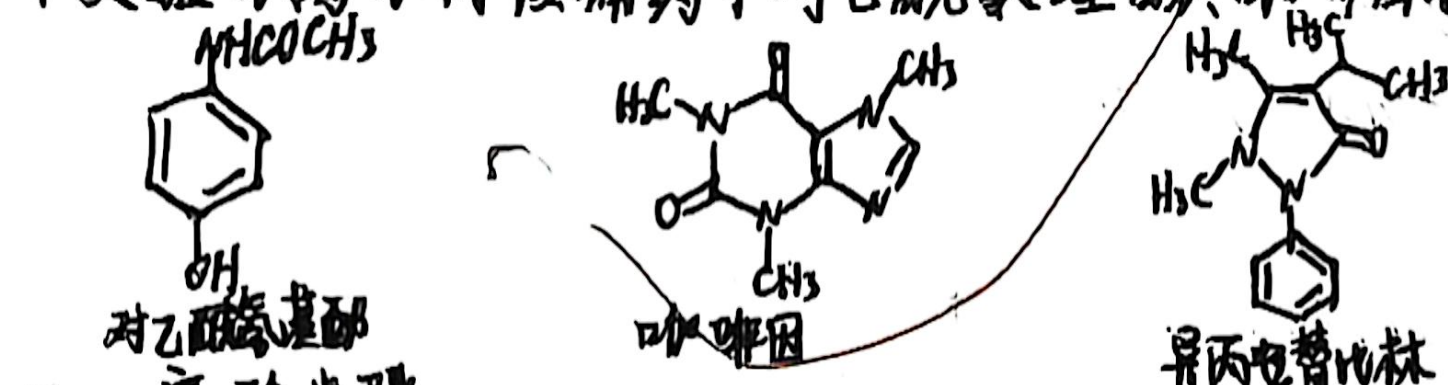
对于难分离组分,则选用二元、三元、甚至多元溶剂展开。

R_f 太小—加入强极性展开剂; R_f 过大—降低展开剂的极性。

7. 实验内容

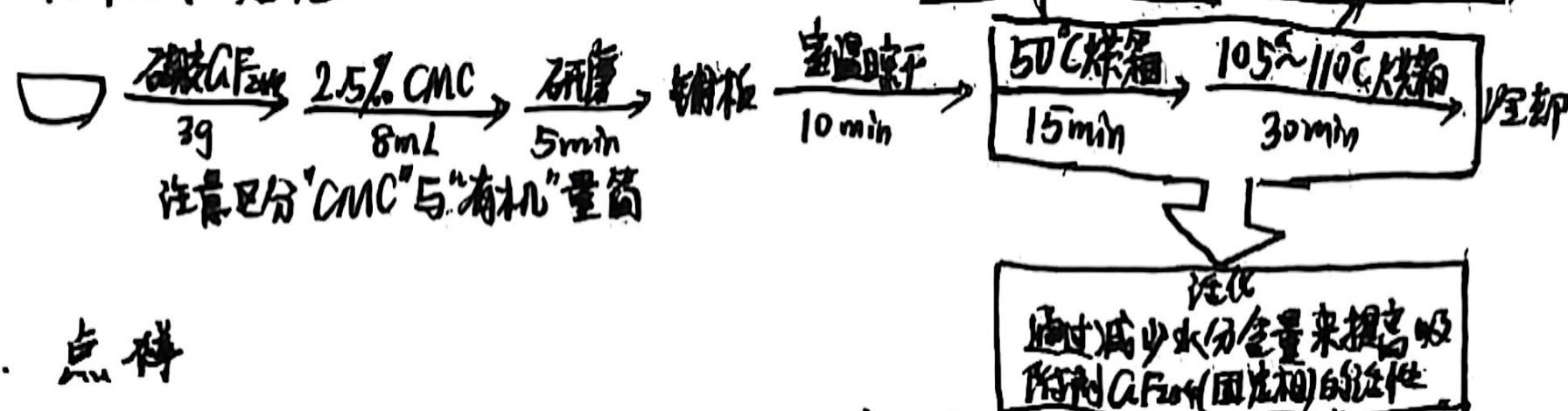
由于镇痛药中不同成分结构不同,可以通过薄层色谱分离各成分,并通过比较样品斑点与纯组分的比移值(R_f)初步确定其化学组成。当实验条件固定时,任何一种特定化合物的 R_f 值是一个常数,可作为定性分析的依据。

本实验分离分析镇痛药中对乙酰氨基酚、咖啡因和异丙肾上腺素,其分子结构式如下:



三、实验步骤

1. 制板和活化



2. 点样

取一块硅胶板,在距一端1cm处用铅笔轻轻画一条横线作为起始线。用毛细管在薄层板上点药品提取液、咖啡因标样和对乙酰氨基酚标样。样品点中间,标样点两边。如果样点颜色太浅,可重复点样,但必须将前次样点干燥后进行,点样原点不易过大,1mm左右即可。

3. 展开

百服宁样品以BML乙酸乙酯为展开剂,散利痛样品以BML 3:1的乙酸乙酯:石油醚为展开剂。将样点干燥后,小心地把层析板放入加有相应展开剂的125mL广口瓶中进行展开。盖好瓶盖,至展开剂前沿上升至距板的上端约1cm时取出并立即用铅笔标记展开剂前沿位置,注意展开剂低于点样点。

4. 鉴定

将溶剂挥发干后,将薄层板放在紫外灯下观察,可清晰看到对应组分的暗红色斑点,用笔绕斑点作出记号,用尺子量,再计算各斑点的比移值 R_f ,并将未知物和标准试样的 R_f 进行比较,定性判断试样所含的组分。



实验名称: 镇痛药百服宁、散利痛的薄层色谱分析

学号:

四、注意事项

1. 点样时要注意样点直径不要超过2mm。一次点样不够,可多次点样,但要等溶剂挥发后再点下一次,防止量多出现拖尾现象。点样时要用毛细管吸取少量溶液,垂直点样、轻碰,尽量避免损伤薄层表面,更不能戳出小孔,否则展开后斑点形状不正常。
2. 样品点在中线,咖啡因右边,对乙酰氨基酚左边。样点溶剂挥发后,再展开。
3. 展开剂液面应始终低于点样线。
4. 毛细管专用,不要交叉使用,以免污染试剂。
5. 点样线和前沿线要轻轻画,边缘即可。
6. 一人一个展开瓶,分别做百服宁和散利痛,做完后交接使用,展开剂可重复使用。
7. 百服宁用乙酸乙酯为展开剂,散利痛用乙酸乙酯:石油醚3:1为展开剂,不要混淆。
8. 当展开剂前沿快接近10cm时,立即用铅笔画下前沿线。
9. 显色时,紫外线损伤眼睛和皮肤,切勿用眼睛直视紫外灯,要用镊子快速取放薄层板。
10. 实验报告要求画出薄层板中各点的相对位置和大小;数据要以表格的形式记录。

五、实验数据记录与结果

	百服宁的分离分析				散利痛的分离分析				
	对乙酰氨基酚 标样	咖啡因 标样	药品点 1	药品点 2	对乙酰氨基酚 标样	咖啡因 标样	药品点 1	药品点 2	药品点 3
a/像素	227	68	202	75	180	55	326	174	51
b/像素	444				489				
R _f	0.511	0.153	0.455	0.169	0.368	0.112	0.667	0.356	0.104

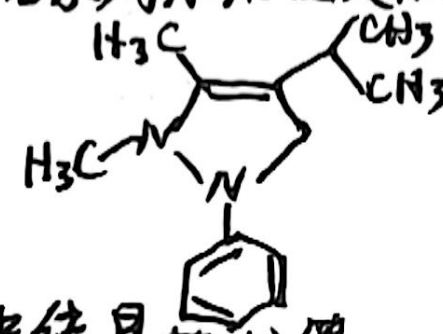
其中, $R_f = \frac{\text{样品斑点中心至原点的距离}}{\text{溶剂前沿至原点的距离}} = \frac{a}{b}$, 将上述数据代入公式即可求得 R_f

由于数据二图片在电脑上处理,故a和b的单位为像素

六、分析和讨论

1. 从实验数据中,我们可以得到以下结论:

- (1) 百服宁中含有对乙酰氨基酚、咖啡因;散利痛中含有对乙酰氨基酚、咖啡因以及另一种药物
- (2) 展开剂不同,相关组分的比移值也不同,如在纯乙酸乙酯体系中,两种药物的比移值均更大
2. 此外,在百服宁的分离分析板上,斑点的形状有较多非规则性的痕迹,可能原因是在制板时硅胶量少且不均匀(本人涂硅胶的时间较晚);而标样产生了一定的拖尾现象,可能原因是点样过多
3. 查阅资料可知,散利痛中所谓的另一种药物为异丙安替比林,结构简式为:



七、思考题

1. 分离有机化合物的常用实验技术: 蒸馏、重结晶、萃取、过滤、色谱法、熔融结晶技术等。
2. 鉴定有机化合物的常用方法: 密度法、熔沸点鉴定、H-NMR、IR、MS、紫外光谱、层析等。
3. 薄层色谱的用途: 药物分析、环境监测、食品安全检测等领域。

