

苏州大学实验报告

院、系 材化部 年级专业 08高分子 姓名 邱翊 学号 0809408041
课程名称 有机化学实验 成绩
指导教师 同组实验者 实验日期 2010.10.28

实验名称 绿色植物色素的色谱分离

一. 实验目的

学习天然化合物提取的一般方法, 学习色谱法的原理和操作技术

二. 实验原理

色谱法是分离、提纯和鉴定有机化合物的重要方法。其分离原理是利用混合物中各个成分的物理化学性质不同而得到分离。具有微量、快速、简便和高效等优点。按其操作不同, 色谱可分为薄层色谱、柱色谱、纸色谱、气相色谱和高压液相色谱等。

本实验先根据各种植物色素的溶解度情况将胡萝卜素 $C_{40}H_{56}$ 、叶黄素 $C_{40}H_{56}O_2$ 和叶绿素从植物的茎叶中提取出来, 然后根据化合物极性的不同用色谱法进行分离和鉴定。

三. 实验试剂

菠菜汁、石油醚、丙酮、乙醇、硅胶板、中性氧化铝

四. 实验步骤

1. 柱层析分离

20g 中性氧化铝装柱

↓ 菠菜汁

9:1 的石油醚-丙酮洗脱

↓ 至第一个橙黄色带即将流出时

↓ 换一接收瓶接收

用下3的石油醚-丙酮洗脱

↓ 至第二个棕黄色带即将流出时

↓ 换一接收瓶接收

用3:1:1的正丁醇-乙醇-水洗脱

↓

分离完成, 将胡萝卜素的溶剂旋干

2. TLC分析

取硅胶板

↓ 分别点, 上色素提取液样点,
用 8:2 的苯-丙酮展开

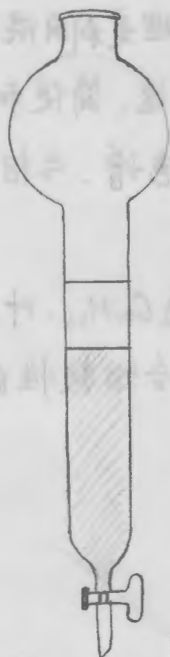
↓ 排列出胡萝卜素和叶黄素的 R_f 值大小

↓ 另取一块硅胶板

↓ 将分离后的胡萝卜素和 β -胡萝卜素的标准品点样

↓ 用 9:1 的石油醚-丙酮展开

↓ 与 β -胡萝卜素标准样品对照, 确定样品中 β -胡萝卜素的 R_f 值



五. 思考题

1. 色谱法分离是根据什么原理进行的?

分离原理是利用待分离的各种物质在两相中的分配系数、吸附能力等亲和能力不同而进行分离

2. 柱色谱和薄层色谱主要运用在哪些方面?

柱色谱: 分离、提纯少量有机化合物

薄层色谱: 分离、定性分析微量物质。可用于精制样品, 化合物鉴定、跟踪反应进程和柱色谱的失导。

苏州大学实验报告

院、系 材化部 年级专业 08高分子 姓名 邱翊 学号 0809408041

课程名称 有机化学实验 成绩

指导教师 葛健峰 同组实验者 实验日期 2010.10.28

实验名称 绿色植物色素的色谱分离

3. TLC分析中常用展开剂的极性大小顺序是怎样的? 展开剂极性对样品的分离有何影响? 点样、展开、显色这三个步骤各要注意什么?

答: 常用展开剂极性大小顺序:

己烷和石油醚 < 环己烷 < 四氯化碳 < 三氯乙烯 < 二硫化碳 < 甲苯 < 苯 < 二氯甲烷 < 氯仿 < 环己烷-乙酸乙酯 (80:20) < 二氯甲烷-乙醚 (80:20) < 二氯甲烷-乙醚 (60:40) < 环己烷-乙酸乙酯 (20:80) < 乙醚 < 乙醚-甲醇 (99:1) < 乙酸乙酯 < 丙酮 < 正丙醇 < 乙醇 < 甲醇 < 水 < 吡啶 < 乙酸

展开剂极性对样品分离影响: 展开剂极性大, 对化合物洗脱力也越大, 即 R_f 值也越大

点样: ① 点样前, 先用铅笔在层析上距末端 1cm 处轻轻画一横线, 作为起点的线。

② 若点样样品溶液太稀, 待第一次点样后, 再点一次, 每次点样都应在同一圆上。

③ 点样斑点直径为 1~2mm 左右。

展开: ① 点样后把薄板放在密闭的层析缸中进行, 液层高度约 0.5cm, 展开剂液面低于样品斑点。

② 当展开剂前沿至薄层板上约 0.5cm 时, 取出层板, 用铅笔画出溶剂前沿位置。

显色: ① 对于无色组分, 显色剂喷洒要均匀, 量要适度。

② 紫外灯功率大, 暗室越暗, 检出效果越好。

③ 显色后, 圈好斑点的位置。