

浙江大学 实验报告

专业: 混合班
 姓名: 张弛
 学号: 3240103480
 日期: 25.4.23
 地点: _____

课程名称: 普化实验乙 指导老师: 赵玲丽 成绩: _____
 实验名称: 薄层色谱分析 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

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

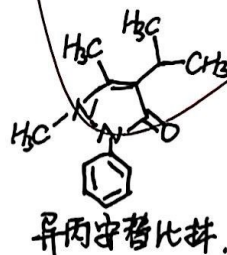
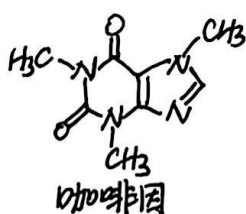
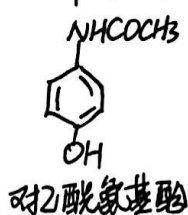
步骤: ①制板 (将吸附剂涂在玻璃板或塑料平板上)。

②点样 (将待分析液滴加在起始线上)。

③展开 (把薄层板放入层析缸中)。

④鉴定, $R_f = (\text{样品中心至点斑距离}) / (\text{溶剂前沿至点斑距离})$ 越相差越大越好。

本实验中样品含:

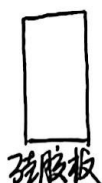


三、实验步骤

1. 制板与活化

研钵 $\xrightarrow[3g]{\text{洗液 GF 254}}$ $\xrightarrow[8mL]{2.5\% \text{ CMC}}$ $\xrightarrow[5 \text{ min}]{\text{研磨}}$ 铺板 $\xrightarrow[10 \text{ min}]{\text{室温晾干}}$ $\xrightarrow[5 \text{ min}]{100^\circ\text{C} \text{ 烘箱}}$ $\xrightarrow[30 \text{ min}]{105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C} \text{ 烘箱}}$ 冷却

2. 点样



画起始线



毛细管
分别点样
和标样



咖啡因

对乙酰氨基酚

样品

实验名称: 薄层色谱分析 姓名: 张弛 学号: 32400103480

3. 展开.

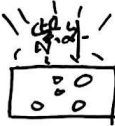
百服宁: 8mL 乙酸乙酯

散利痛: 8mL 3:1 乙酸乙酯: 石油醚



4. 鉴定

待挥发后

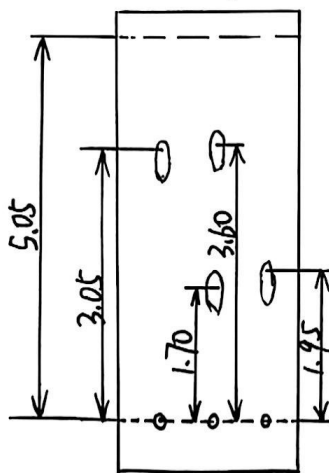


→ 计算 R_f , 定性判断.

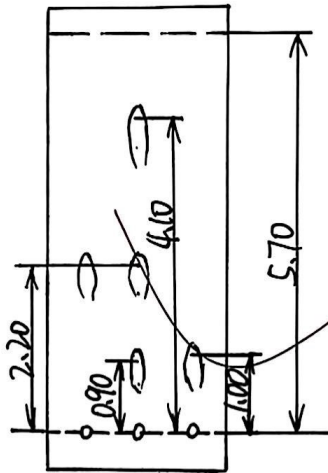
四. 注意事项

1. 点样注意直径不要超过 2mm. 多次点样要等上次溶剂挥发后再点下一次. 点样要轻柔, 避免戳伤薄层表面.
2. 展开剂液面应始终低于点样线.
3. 毛细管专用, 不要交叉使用.
4. 展开剂可重复使用, 故 2 人可分别做百服宁和散利痛, 然后互换.
5. 显色时切勿直视紫外灯. 要用镊子快速取放薄层板.

五. 实验数据记录



百服宁薄层板



散利痛薄层板

左图为在紫外灯下观测得的薄层色谱, 其中单位均为 cm.

数据处理如下表所示.

	对乙酰氨基酚标样	咖啡因标样	药品点 1	药品点 2
a(cm)	3.05	1.95	3.60	1.70
b(cm)	5.05			
R_f	0.604	0.386	0.713	0.337

表 1: 百服宁色谱分析

	对乙酰氨基酚	咖啡因	药品点 1	药品点 2	药品点 3
a(cm)	2.20	1.00	4.10	2.20	0.90
b(cm)	5.70				
R_f	0.386	0.175	0.719	0.386	0.158

表 2: 散利痛色谱分析

实验名称: 薄层色谱分析 姓名: 张弛 学号: 3240103480

六. 实验结果与讨论.

总体而言, 色谱结果清晰. 本次实验基本成功.

百服宁: 百服宁样液分离出两种组分. 对比标样可知为对乙酰氨基酚和咖啡因. 其中咖啡因成分对应的圈更小, 故可推测对乙酰氨基酚的含量较咖啡因要高些.

散利痛: 散利痛样液分离出三种组分. 为对乙酰氨基酚, 咖啡因和异丙安替比林. 根据圈的大小, 推测浓度大小由大到小依次为: 对乙酰氨基酚, 异丙安替比林, 咖啡因.

在观察时, 还发现个别色块过大的情况. 分析原因可能是在点样时由于多次点样, 导致样品量过大了. 点样时应当小心并少量.

七. 思考题

1. 蒸馏、萃取、结晶(控制条件以促进析出)、色谱法
2. 色谱法, 化学反应鉴定(显色等), 红外光谱、核磁共振等.
3. 分离混合物, 定性分析, 定量分析, 跟踪反应进程.

装

订

线