

浙江大学 实验报告

学号: 51200102010

日期: 2024.3.25

地点: 紫金港化学实验中心

课程名称: 普化实验(乙) 指导老师: 陈晨 成绩: 95

实验名称: 扑热息痛和咖啡因的薄层色谱分析 实验类型: 分析实验 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其应用
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进行分别鉴定的一般方法

二、实验原理

1. 色谱分析:

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目的。

流动相 { 液体(有机溶剂、水溶液等)为液相色谱
 { 气体(N_2 , H_2 , He 等)为气相色谱

固定相: 吸附剂, $Al_2O_3 \cdot SiO_2$, 有机高聚物

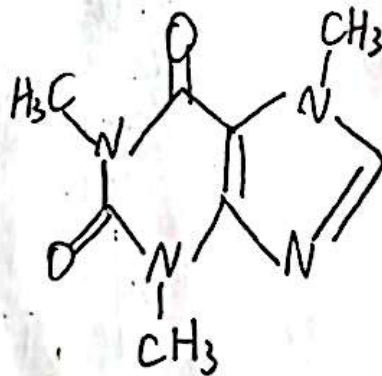
2. 薄层色谱法(TLC)

吸附剂对混合物各成分的吸附能力不同,在展开剂作用下,它们发生解析的速度不同,迁移速度也不同,从而实现分离。

本实验要分离分析



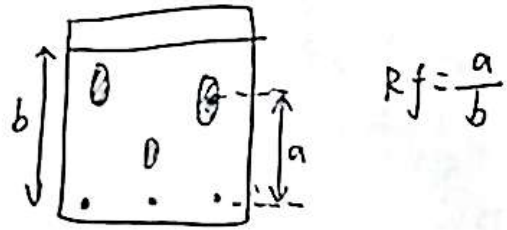
扑热息痛
(对乙酰氨基酚)



咖啡因

实验名称: _____ 姓名: _____ 学号: _____

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, 任何一种化合物的 R_f 值是一个常数, 可定性分析



3. 色谱实验条件的选择

① 改变流动相:

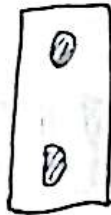
百服宁分析用乙酸乙酯

散利痛分析用乙酸乙酯: 石油醚 = 3:1

② 改变铺板长度



过短



适中



过长

4. 色谱的应用

气相色谱分析分离白酒中的物质

二甲氧基苯甲酸的同分异构体液相色谱分离

液相色谱分析手性物质

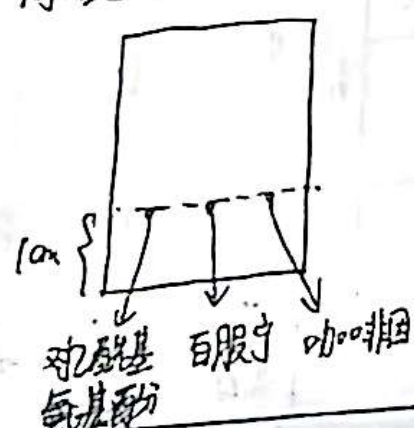
快捷地判断有机合成实验中的反应进程

实验名称: _____

姓名: _____

学号: _____

三、实验步骤及注意事项

实验步骤	注意事项
<p>1. 制板</p> <p>研钵 $\xrightarrow[8\text{ml } 25\% \text{ CMC}]{\text{加 } 3\text{g 硅胶 G707}}$ 调成糊状 $\xrightarrow[5\text{min}]{\text{研磨}}$</p> <p>溶胀 \rightarrow 铺板</p> <p>(用研钵棒将调好的糊状硅胶均匀涂在洗净后干燥的载玻片上, 在桌面上轻轻平敲, 使薄层表面光滑并不含气泡, 厚 0.25-1.00mm, 置于白瓷盘中晾 10-15min)</p>	<p>(1) CMC 羧甲基纤维素钠作为粘合剂</p> <p>(2) 实际操作中不用溶胀</p>
<p>2. 活化</p> <p>将薄板放入烘箱 $\xrightarrow[15\text{min}]{50^\circ\text{C}}$ 再升温</p> <p>$\xrightarrow[30\text{min}]{15-110^\circ\text{C}}$ 可用于实验的胶板</p>	<p>该步骤必须进行, 以除去水分</p>
<p>3. 样品液制备</p> <p>半颗药片 $\xrightarrow{\text{研磨}}$ 粉末 $\xrightarrow[1:2 \text{ 的混合液}]{15\text{ml 乙醇: 氯仿}}$</p> <p>搅拌 10min $\xrightarrow{\text{过滤}}$ 收集滤液</p>	<p>实际实验中可以略过此步, 直接用配好的溶液</p>
<p>4. 点样</p> <p>取一块硅胶板, 在距一端 1cm 处为起始线。用毛细管在薄层板上点药品提取液、咖啡因标样和扑热息痛标样。样点间距 1cm。</p>  <p>1cm } \downarrow 对乙酰氨基酚 \downarrow 扑热息痛 \downarrow 咖啡因</p>	<p>(1) 若颜色太浅, 可重复点样, 但必须待前次样点干燥后进行, 防止量多出现拖尾</p> <p>(2) 样点不宜过大, 直径 < 3mm</p> <p>(3) 起始线用铅笔轻划几个点</p>

装订线

表上表

实验步骤	注意事项
<p>5. 展开</p> <p>待样点干燥, 层析板 $\xrightarrow{\text{放入80\%乙醇}}$ 展开剂上升至距板的上端约1cm</p> <p>百服宁: 乙酸乙酯 散利痛: 3:1 乙酸乙酯和石油醚</p> <p>\downarrow 取出</p> <p>用铅笔标记斑点位置</p>	<p>展开剂液面应始终低于点样线</p>
<p>6. 鉴定</p> <p>待溶剂挥发干后, 将层析板放在紫外灯下观察, 可看到对应组分的斑点, 用铅笔线斑点作记号, 计算各斑点的比移值, 并将未知物和标准样品比较。</p>	<p>在紫外灯下观察深色斑点</p>

四、实验数据与分析

表1: 百服宁薄层色谱实验数据

	对乙酰氨基酚	咖啡因	百服宁	
原点到斑点的距离 a/cm	3.21	1.30	1.25	3.25
原点到前沿的距离 b/cm	4.70			
$R_f = a/b$	0.683	0.277	0.266	0.691

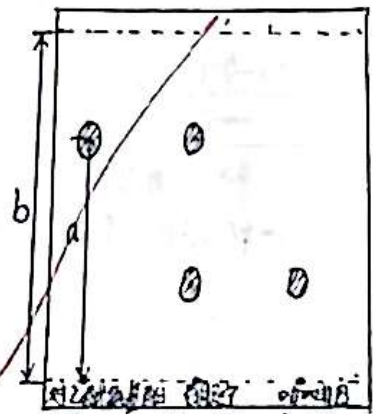


图1: 百服宁薄层色谱分析

表2: 散利痛薄层色谱实验数据

	对乙酰氨基酚	咖啡因	散利痛	
原点到斑点距离 a/cm	2.81	0.95	1.01	2.60 3.96
原点到前沿距离 b/cm	5.20			
$R_f = a/b$	0.540	0.183	0.194	0.500 0.762

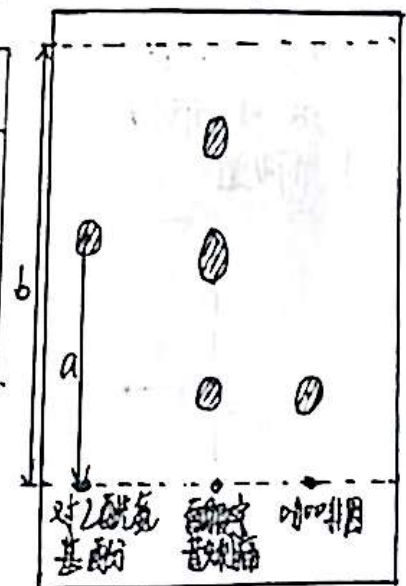


图2: 散利痛薄层色谱分析

实验名称: _____ 姓名: _____ 学号: _____

数据分析及现象分析:

(1) 百服宁出现两个斑点, 且 R_f 值与对乙酰氨基酚、咖啡因的标样 R_f 值接近, 误差在可接受范围内, 因此可以认为百服宁主要由这两种组分

(2) 同理, 散利痛出现三个斑点, 两个与对乙酰氨基酚、咖啡因的标样 R_f 值接近, 误差在可接受范围内, 但还有一种未知成分

(3) 出现误差的原因:

① 点样量过大, 斑点拖尾, 难以确定

② 薄板制作不均

③ 量距离时读数误差

五、实验心得

今天的实验学习了一种应用广泛的物质分离分析技术。我也惊叹于这样一种简单的技术能在很短时间内完成分离。实验过程中也要时刻保持细心, 稍有不慎就会破坏薄板

六、思考题

1. 分液、萃取、蒸馏、色谱分离、重结晶、过滤等
2. $^1\text{H-NMR}$ 、紫外光谱、IR、质谱、层析、沸点及熔点鉴定
3. 有机化合物的鉴定、跟踪反应进程、分离分析