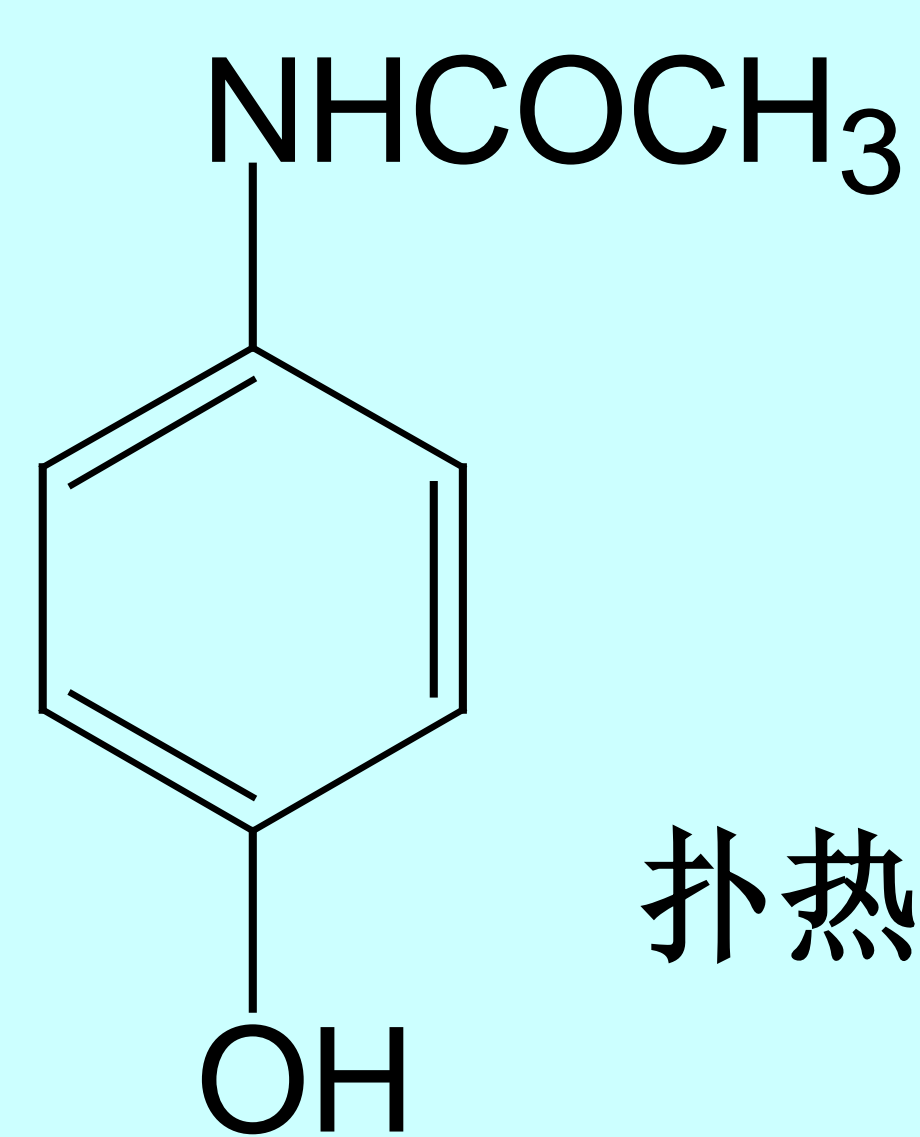


镇痛药百服宁和散利痛的薄层色谱分析

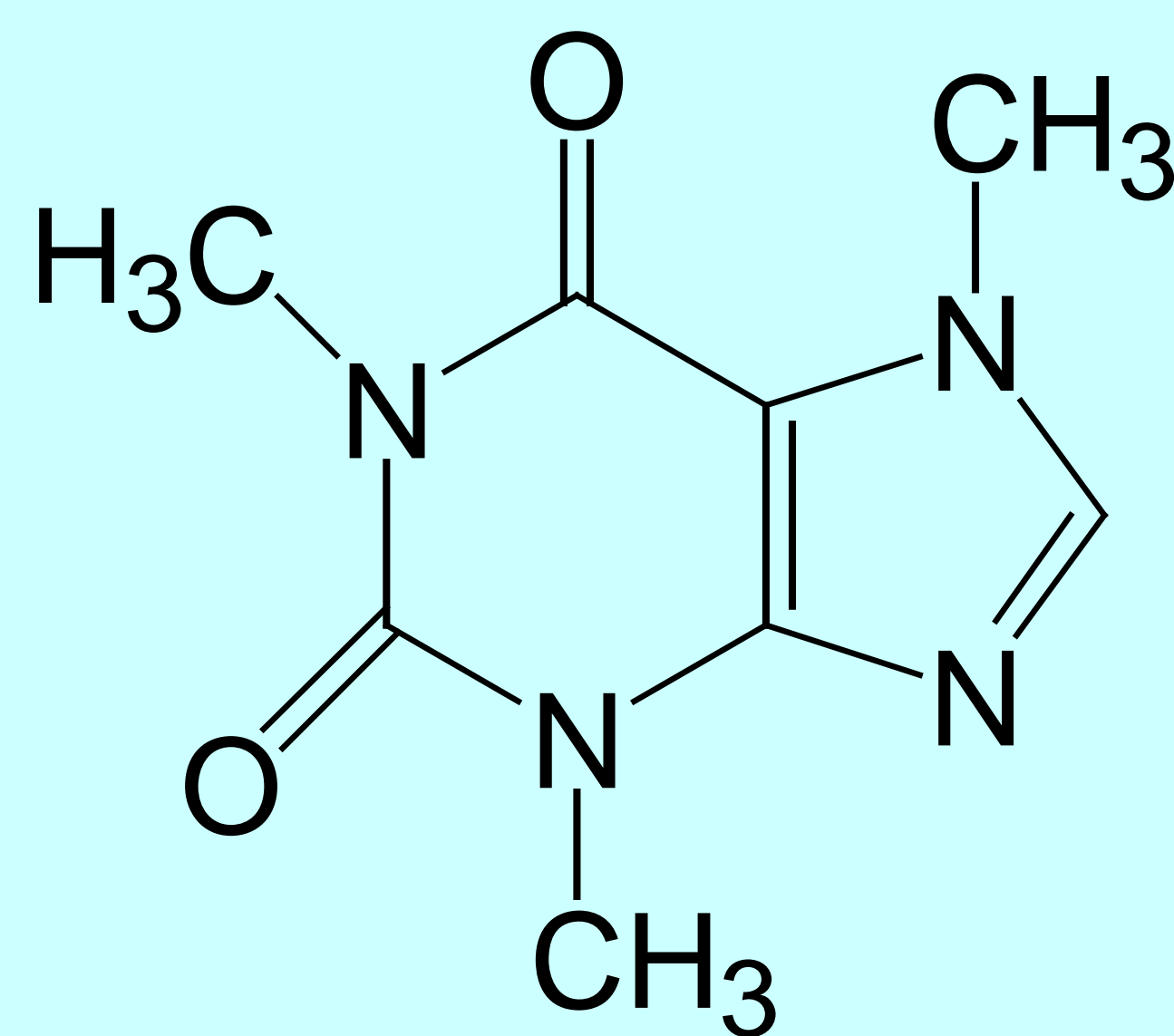
- 【实验目的】
1. 理解薄层色谱法的原理及其应用；
 2. 掌握薄层色谱法的实验操作技术；
 3. 了解对多组分混合物中各组分进行分别鉴定的一般方法。

- 【知识点】
1. 硅胶层析板的制作；
 2. 薄层层析和显色操作；
 3. 比移值的计算和理解。

【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。在各种色谱技术中，薄层色谱法（Thin Layer Chromatography，简写 TLC）是一种经典的混合物分离技术。薄层层析中的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，迁移的速度也不同，从而得以分离；进而结合其他谱学分析方法确定各组分的结构。本实验分离分析镇痛药中扑热息痛和咖啡因，其分子结构式如下：

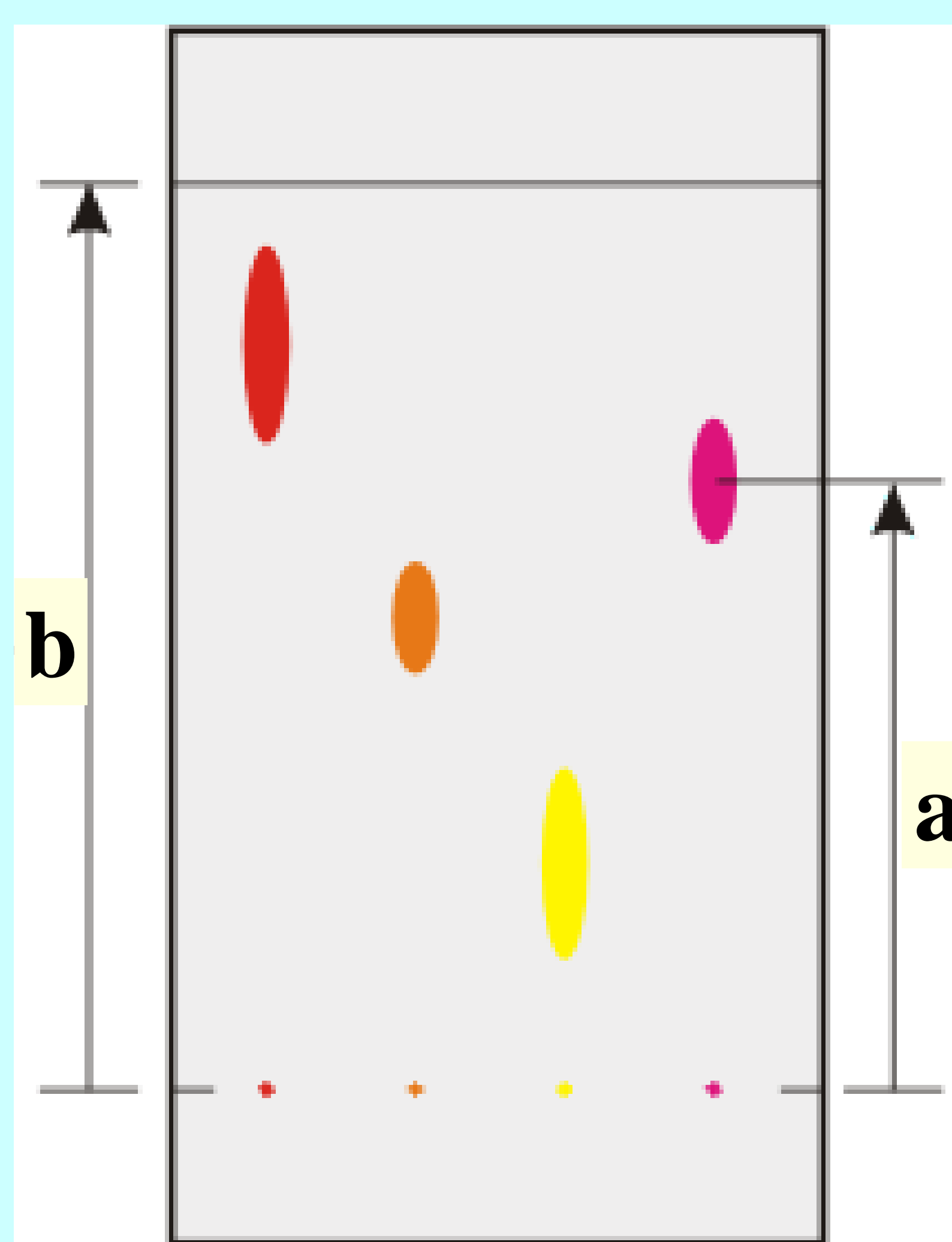
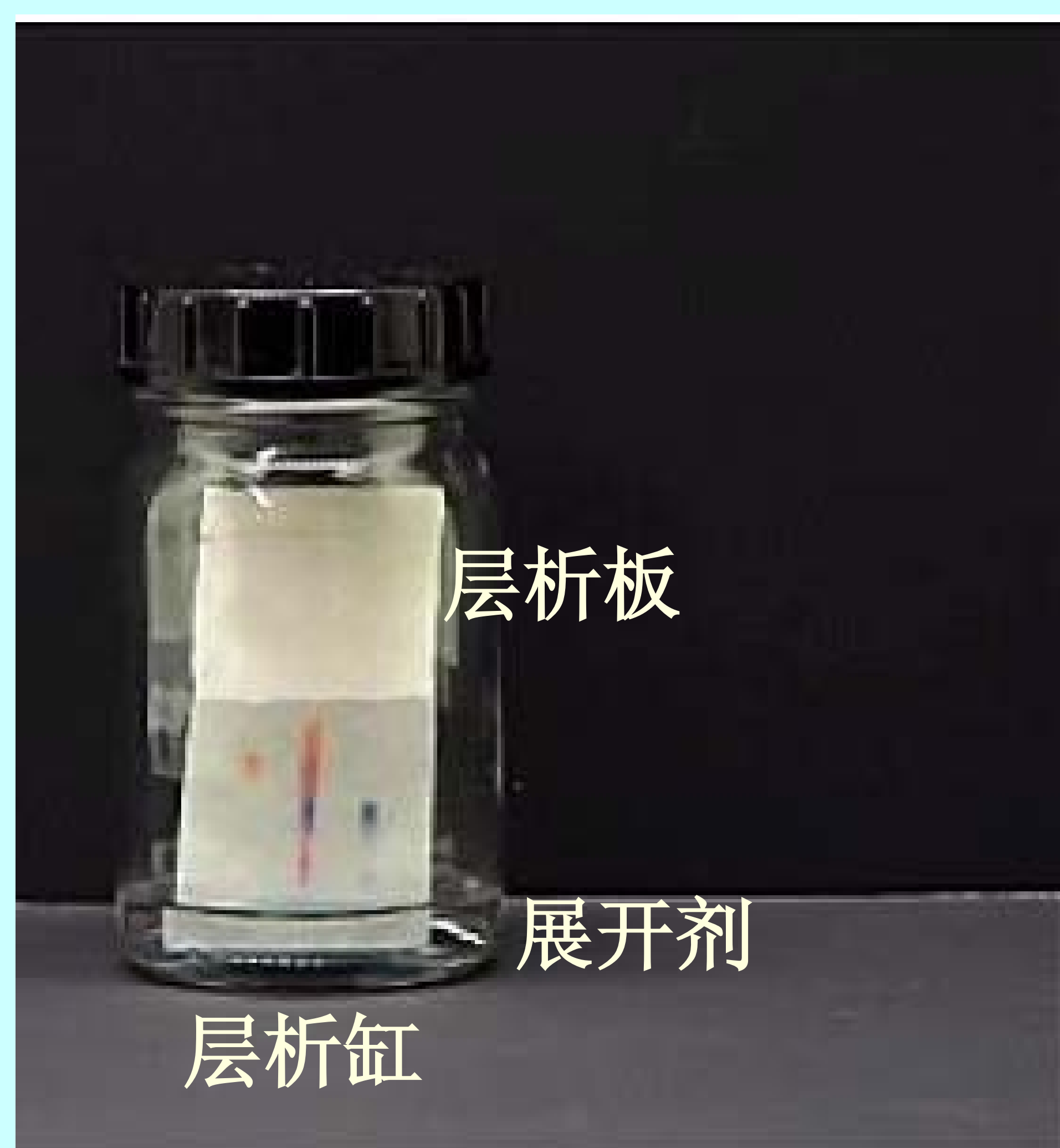


扑热息痛



咖啡因

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。



$$R_f = \frac{a}{b}$$



【实验步骤】

1. 制板（2人一组，铺板6块）

称取 3g 硅胶 GF₂₅₄ 于研钵中，加入 8 mL 2.5% CMC 调成糊状，研磨 5min，待溶胀后铺板。即用研钵棒将调好的糊状硅胶均匀地涂在洗净干燥后的载玻片上，在桌面上轻轻平敲，使薄层表面光滑并不含气泡，厚度 0.25~1.0mm；置于白瓷盘中晾 10~15 min。

2. 活化

将制好的薄板放入烘箱，升温至 50 °C，烘 15 min；再升温到 105~110 °C，烘 30 min。

3. 样品液的制备（全班制备一份，在通风橱内操作）

将半颗药片研成粉状，加 15 mL 乙醇:二氯甲烷混合液（体积比 1:2）搅拌 10 min 后过滤，滤液收集于小试管中，用于薄层点样。

4. 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，咖啡因标样和扑热息痛标样。样点间距 1cm。如果样点颜色太浅，可重复点样，但必须待前次样点干燥后进行，点样原点不易过大。

5. 展开

百服宁样品以乙酸乙酯为展开剂，散利痛样品以 3:1 的乙酸乙酯:石油醚为展开剂，均为 8 mL。待样点干燥后，小心地把层析板放入加有相应展开剂的 125 mL 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。

6. 鉴定

待溶剂挥发干后，将层析板放在紫外灯下观察，可清晰看到对应组分的斑点，用铅笔绕斑点作出记号，计算各斑点的比移值，并将未知物和标准样品比较。

【注意事项】

1. 薄层板制备好之后，一定要进行活化，除去水分。
2. 点样时要注意样点直径要不超过 2 mm。点几个样点时间隔应 1~1.5 cm。一次点样若不够，可多点几次，但要等溶剂挥发后再点下一次，防止量多出现拖尾现象。
3. 展开剂液面应始终低于点样线。