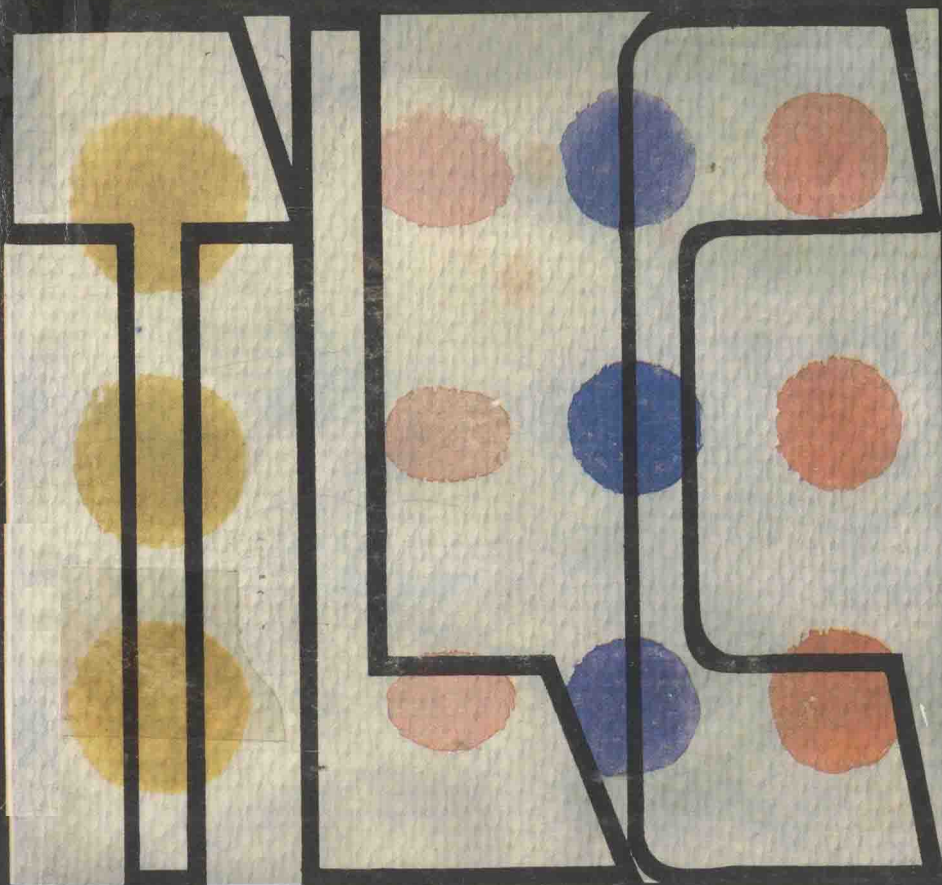
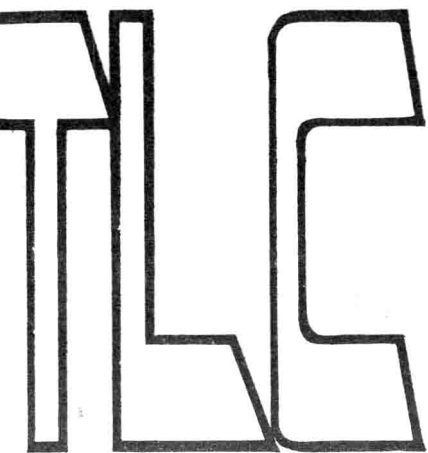


○云南科技出版社○

张震南 周振惠 著

薄层色谱分析 及其最新进展





○云南科技出版社○

张震南 周振惠 著

薄层色谱分析 及其最新进展

责任编辑：王建明 夏吉文

封面设计：徐 芸

薄层色谱分析及其最新进展

张震南 周振惠 著

云南科技出版社出版发行（昆明市书林街100号）
云南新华印刷厂印装 云南省新华书店经销

开本：850×1168 1/32 印张：13.375 字数：320,000
1989年2月第1版 1989年2月第1次印刷
印数：1—2,000

ISBN 7-5416-0166-7/TQ·3 定价：5.05 元

序 言

色谱法自本世纪初开始出现以来，已经过去了八十多年。这八十年中，头四十年进展缓慢，后四十年年的发展却极为迅速。现在色谱法已经成为一个专门的学科，是进行微量分离与分析不可缺少的手段，在许多科学领域内得到广泛应用，并解决了许多重大问题，对科学与人类的进步，做出了巨大贡献。好几项获得诺贝尔奖金的工作都是与色谱有关的，由于分配色谱法本身的发明，马丁 (Martin) 与辛基 (Synge) 也获得了1952年的诺贝尔奖。尽管这几十年来发展了许多种色谱方法，但用得最多还是气相色谱法、高效液相色谱法和薄层色谱法。这三种方法各有特点，互相补充，相辅相成，形成色谱分离技术中的三大支柱，鼎足而立，其中薄层色谱法由于不需过多的特殊设备，简便易行，而且操作是分段进行，对样品的前处理要求、展开剂的选择与更换，检出方法和定量测定等都有其独到之处。也不必象气相色谱法或高效液相色谱法那样，一台仪器在一段时间内一般只能供一个实验者使用，因此这种方法更适合于我国国情，更值得在我国国内推广。事实上，国内许多色谱工作者已经在这方面做了大量工作，并取得了一定成绩。但是专门介绍薄层色谱法的书籍在国内出版很少，从而使推广此方法受到一定限制。张震南、周振惠二同志从事薄层色谱工作多年，颇有心得，所编的《薄层色谱分析及其最新进展》内容广泛，并着重介绍了近年来的进展，对广大的薄层色谱工作者将会是一本有用的参考书，对于推动薄层色谱方法的应用与普及也将会起很好的作用，特欣然为作此序。

周同惠

1986年10月20日

前 言

薄层色谱具有设备简单，操作容易、快速、灵敏、高效等优点。它广泛应用于化学、生化、医药、环保、卫生、食品、轻工、化工、农林牧等领域，成为重要的实验技术，它不仅是一种分析方法，也是分离纯制的优良手段。在越来越多的实验室里，薄层色谱将成为不可缺少的工具。

最近几年，薄层色谱发展很快，出现了许多新颖内容。本书许多章节，例如定性薄层色谱、放射性薄层色谱、高效薄层色谱、薄层色谱中的衍生反应、分配薄层色谱、和其他方法联用、热薄层色谱……等及时反映概括了薄层色谱的最新进展。最后两章总结介绍了薄层色谱在化学、化工、农药残留量分析中的应用。至于薄层色谱在浩如烟海的其他方面应用，请读者参考其他书刊。作者希望本书能对薄层色谱在我国进一步发展起到“抛砖引玉”的作用。

本书中第二、三、四、五、八、九和十七章由周振惠（中国科学院上海昆虫研究所）编写；其他十章由张震南（云南省化工研究所）编写。全书由张震南整理定稿。

本书编写中得到中国化学会常务理事、中国医学科学院药物研究所周同惠教授的热情鼓励和帮助，并写了序言。云南大学赵树年教授和田宝藉教授审阅了初稿，并提出了许多宝贵意见。云南化工研究所高级工程师施启贤为本书提供了宝贵意见并编绘了插图。作者向他们深表感谢！

作者水平有限，书中的缺点乃至错误，敬请有关专家和广大读者批评指正。

编著者

1986年秋于昆明

附录一 本书中常用缩写 (符号) *

- Ac(Acetyl) 乙酰 (基)
BP(Boiling Point) 沸点
BuOH 丁醇 (Bu为丁基)
CC(Column Chromatography) 柱色谱
cm(Centimeter) 厘米
DCC(Dry Column Chromatography) 干柱色谱
EtOAc 乙酸乙酯
EtOH 乙醇
Et₂O 乙醚
FID(Flame Ionization Detector) 火焰电离检测器
g (gram) 克
GF(Gypsum Fluorescein) 石膏荧光素 (例如硅胶GF为含石膏和荧光素的硅胶。)
GC(Gas Chromatography) 气相色谱
GPC(Gas Partition Chromatography) 气相分配色谱
h(hour) 小时
HOAc 乙酸
HPLC(High Performance Liquid Chromatography) 高效液相色谱
HPTLC(High Performance Thin Layer Chromatography) 高效薄层色谱
HPTLP(High Performance Thin Layer Plate) 高效薄层板
hR_f R_f × 100

* 按照英文字母顺序排列。

$hR_m \quad R_m \times 100$

IPTLC(Ion Pair Thin Layer Chromatography) 离子对薄层色谱

IPTLP(Ion Pair Thin Layer Plate) 离子对薄层板

IR (Infra Red) 红外 (光谱)

l (liter) 升

λ (Wave length) 波长

LC(Liquid Chromatography) 液相色谱

M(Molecular Weight) 分子量

MeOH 甲醇 (Me为甲基)

Me₂CO 丙酮

mg(milligram) 毫克

min(minute) 分钟

ml(milliliter) 毫升

mm(millimeter) 毫米

mp(melting point) 熔点

MS(Mass Spectrography) 质谱

ng(nanogram) 纳克

nl(nanoliter) 纳升

nm(nanometer) 纳米

NMR(Nuclear Magnitic Resonance) 核磁共振

PC(Paper Chromatography) 纸色谱

pg(picogram) 皮克

ppb(part per billion) 10^{-9}

ppm(Part per million) 10^{-6}

ppt(part per trillion) 10^{-12}

PrOH 丙醇 (Pr为丙基)

PMD(Programmed Multiple Development) 程序多级展开

R(Radical) 烃基

R_f (Rate of flow) 比移(值)

$$R_m = \log \left(\frac{1}{R_f} - 1 \right)$$

RPLC(Reversed Phase Liquid Chromatography) 反相液相色谱

rpm(revolution per minute) 转/分钟

RPTLC(Reversed Phase Thin Layer Chromatography) 反相薄层色谱

RPTLP(Reversed Phase Thin Layer Plate) 反相薄层板
sec(second) 秒

TFG(Thermofractography) 热解色谱

THF(Tetrahydrofuran) 四氢呋喃

TLC(Thin Layer Chromatography) 薄层色谱

TLP(Thin Layer Plate) 薄层板

UV(Ultra Violet) 紫外

μg (microgram) 微克

μl (microliter) 微升

μm (micrometer) 微米

X(Halogen) 卤素。如HX为卤化氢。

第一章 薄层色谱概述	(1)
1.1 引言	(1)
1.2 薄层色谱简史	(2)
1.3 薄层色谱步骤	(3)
1.4 薄层色谱分类	(5)
1.4.1 吸附薄层色谱	(5)
1.4.2 分配薄层色谱	(6)
1.4.3 离子交换薄层色谱	(7)
1.4.4 凝胶过滤薄层色谱	(7)
1.5 薄层色谱文献	(8)
1.5.1 书籍	(8)
1.5.2 原始文献	(9)
1.5.3 文摘杂志	(10)
1.5.4 其他薄层色谱文献	(11)
第二章 薄层色谱板的制备	(13)
2.1 薄层的支持物	(13)
2.2 吸附剂与担体	(13)
2.2.1 硅胶	(14)
2.2.2 氧化铝	(16)
2.2.3 三硅酸镁	(16)
2.2.4 硅藻土	(17)
2.2.5 聚酰胺	(17)
2.2.6 纤维素	(18)
2.3 薄层板的制备法	(22)

2.3.1	固定式涂布装置	(22)
2.3.2	移动式涂布装置	(23)
2.3.3	自动薄层色谱涂布装置	(25)
2.3.4	棒形涂布法	(26)
2.4	固定相的性质	(26)
2.4.1	薄层色谱吸附剂	(26)
2.4.2	粘合剂	(30)
2.4.3	薄层的厚度	(30)
2.5	预涂薄层板	(31)
2.6	烧结薄层色谱板	(33)
第三章	点样	(35)
3.1	点样板	(35)
3.2	试样溶液的制备	(37)
3.3	点样技术	(37)
3.3.1	定量毛细管和微量注射器	(38)
3.3.2	滤纸点样法	(39)
3.3.3	带样品浓缩区的薄层板	(40)
3.3.4	自动薄层色谱点样仪	(40)
3.3.5	热馏出色谱技术	(42)
第四章	展开技术	(44)
4.1	展开方式	(44)
4.1.1	上行展开法	(45)
4.1.2	下行展开法	(46)
4.1.3	水平展开法	(47)
4.1.4	上行连续展开	(47)
4.1.5	水平连续展开法	(51)
4.1.6	重复展开	(52)
4.1.7	阶段展开	(52)
4.1.8	梯度展开	(53)
4.1.9	加压薄层色谱展开	(54)

4.1.10 双向展开	(56)
4.1.11 分离—反应—分离展开法	(57)
4.1.12 圆形展开法	(58)
4.2 展开时溶剂蒸气的影响	(59)
4.3 边缘效应	(61)
第五章 展开溶剂	(63)
5.1 展开溶剂的要求	(63)
5.2 溶剂的性质	(64)
5.3 溶剂的选择	(65)
5.4 常用溶剂系统	(70)
第六章 检出方法	(82)
6.1 物理检出法	(82)
6.1.1 荧光检出	(82)
6.1.2 荧光猝灭	(86)
6.1.3 升华法	(86)
6.1.4 放射性检出	(87)
6.2 化学检出法	(87)
6.2.1 非破坏性显色剂	(88)
6.2.2 破坏性显色剂 (207组)	(88)
6.3 生物化学和生物法	(129)
6.3.1 酶法检出	(129)
6.3.2 生物法检出	(132)
6.4 利用检测器检出	(133)
6.4.1 火焰离子化检测器	(134)
6.4.2 电导检测器	(134)
6.4.3 热离子检测器	(134)
6.4.4 荧光检测器	(136)
6.4.5 其他检测器	(136)

第七章 定性薄层色谱	(139)
7.1 R_f 值鉴定化合物	(139)
7.1.1 改变吸附剂	(140)
7.1.2 变换展开剂	(140)
7.1.3 双向展开	(141)
7.1.4 用不同显色剂	(142)
7.2 R_M 值鉴定化合物	(142)
7.2.1 R_M 值鉴定物质的组成	(143)
7.2.2 用两组 R_M 值鉴定	(145)
7.2.3 用 ΔR_M 值确定取代基	(147)
7.3 薄层色谱扫描鉴定	(149)
7.4 降解鉴定	(152)
7.5 “四谱” 鉴定	(153)
7.6 薄层色谱提供结构信息	(155)
7.6.1 R_f 值与分子链长的关系	(155)
7.6.2 无机阳离子量愈大, R_f 值愈小	(157)
7.6.3 含氧阴离子量与 R_f 值的关系	(159)
7.6.4 邻、间、对位异构体的 R_f 值	(160)
7.6.5 顺式化合物的 R_f 值小于反式化合物的 R_f 值	(161)
7.7 电子计算机鉴定	(163)
第八章 定量薄层色谱	(167)
8.1 目测法	(168)
8.2 斑点面积法	(169)
8.3 洗脱后测定法	(172)
8.3.1 定位	(172)
8.3.2 吸附剂的收集及洗脱	(179)
8.3.3 测定	(181)
8.4 原位扫描定量法	(181)
8.4.1 薄层色谱扫描仪	(182)

8.4.2	Kubelka-Munk理论.....	(188)
8.4.3	线性化装置及薄层板SX值的测定.....	(190)
8.4.4	波长的选择.....	(195)
8.4.5	扫描方式及光束大小的选择.....	(198)
8.4.6	定量的准确性.....	(200)
8.4.7	扫描结果的处理.....	(202)
第九章	放射性薄层色谱	(205)
9.1	放射性薄层色谱扫描法.....	(206)
9.2	放射性自显影技术.....	(211)
9.3	电火花室技术.....	(215)
9.4	区域分析法.....	(217)
9.5	燃烧法.....	(220)
第十章	高效薄层色谱	(221)
10.1	高效薄层色谱吸附剂及其薄层板.....	(221)
10.2	高效薄层色谱点样.....	(222)
10.3	高效薄层色谱展开.....	(225)
10.3.1	线性展开.....	(225)
10.3.2	环形展开.....	(227)
10.3.3	反环形展开.....	(228)
10.3.4	程序多级展开.....	(229)
10.3.5	连续展开.....	(232)
10.4	高效薄层色谱定量.....	(233)
10.5	结语.....	(234)
第十一章	薄层色谱中的衍生反应	(237)
11.1	衍生反应在薄层色谱中的作用.....	(237)
11.1.1	扩大应用.....	(237)
11.1.2	提供确证.....	(238)
11.1.3	增加稳定性.....	(239)
11.1.4	提高灵敏度.....	(239)

11.1.5	改善分离	(239)
11.1.6	与其他方法联用	(240)
11.2	进行薄层色谱衍生反应的条件	(241)
11.3	制备衍生物	(242)
11.3.1	容器中制备	(242)
11.3.2	毛细管中制备	(243)
11.3.3	薄层板上制备衍生物	(243)
11.4	各类衍生反应	(245)
11.4.1	氧化	(246)
11.4.2	还原	(246)
11.4.3	烷基化	(246)
11.4.4	酰化	(247)
11.4.5	酯化	(248)
11.4.6	酮基缩合	(248)
11.4.7	水解	(248)
11.4.8	卤化	(249)
11.4.9	荧光反应	(249)
11.4.10	其他衍生反应	(249)
11.5	应用	(250)
第十二章	分配薄层色谱	(253)
12.1	分配薄层色谱概要	(253)
12.2	反相薄层色谱 (RPTLC)	(254)
12.2.1	RPTLC 的静相	(254)
12.2.2	RPTLC 的点样	(255)
12.2.3	RPTLC 的动相	(256)
12.2.4	RPTLC 的展开和检出	(256)
12.2.5	RPTLC 应用举例	(256)
12.3	化学键合相反相薄层色谱板	(259)
12.3.1	化学键合相反相薄层色谱板	(259)
12.3.2	键合相反相薄层板性能	(261)

12.3.3	化学键合相反相薄层色谱展开	(262)
12.3.4	应用	(266)
12.4	离子对薄层色谱	(269)
12.4.1	概论	(269)
12.4.2	离子对薄层色谱特性	(270)
12.4.3	应用	(275)
第十三章	薄层色谱和其他方法联用	(278)
13.1	薄层色谱的前处理方法	(279)
13.2	与液相色谱联用	(280)
13.3	与气相色谱联用	(282)
13.3.1	间接法	(282)
13.3.2	直接法	(283)
13.4	与环炉技术联用	(284)
13.5	与光谱法联用	(285)
13.5.1	与紫外光谱联用	(286)
13.5.2	与红外光谱联用	(286)
13.5.3	与质谱(MS)联用	(288)
13.5.4	注意事项	(291)
13.6	与其他方法联用	(292)
13.6.1	与容量法联用	(292)
13.6.2	与原子吸收光谱联用	(292)
13.6.3	与光声光谱联用	(293)
13.6.4	与测量熔点(MP)结合	(294)
第十四章	制备薄层色谱	(297)
14.1	绪论	(297)
14.2	厚板“薄层”色谱	(297)
14.2.1	厚板	(297)
14.2.2	点样	(298)
14.2.3	检出	(299)
14.2.4	洗脱	(300)

14.3	多层板薄层色谱	(300)
14.4	离心薄层色谱	(303)
14.5	棒色谱	(308)
14.6	干柱色谱法(DCC)	(309)
第十五章	热薄层色谱	(315)
15.1	热板点样	(316)
15.2	热解薄层色谱	(316)
15.3	热板薄层层析	(318)
15.3.1	提高分辨率	(318)
15.3.2	检出痕量组分	(318)
15.4	控温展开	(319)
15.5	热检出	(322)
15.5.1	热法增强荧光	(322)
15.5.2	差热检出	(323)
15.5.3	热法检出微量元素	(324)
15.6	低温薄层色谱	(325)
15.6.1	低温检出	(325)
15.6.2	低温展开	(327)
15.6.3	仪器和操作	(329)
第十六章	薄层色谱在化学化工中的应用	(332)
16.1	薄层色谱的功能	(332)
16.1.1	分离鉴定	(332)
16.1.2	确定结构	(333)
16.1.3	检查纯度	(333)
16.1.4	检查稳定性	(333)
16.1.5	制备纯化合物	(334)
16.1.6	定量分析	(334)
16.1.7	监测反应条件	(334)
16.1.8	确定柱色谱洗脱液组分	(335)

16.1.9	高效液相色谱的先导	(335)
16.1.10	测定分子量分布	(335)
16.1.11	测定聚合物的溶解度参数	(336)
16.1.12	测定痕量组分	(336)
16.2	在药物分析上的应用	(338)
16.3	在食品分析上的应用	(341)
16.3.1	食品营养成分	(342)
16.3.2	食品添加剂	(342)
16.3.3	食品有害物质	(344)
16.4	在无机分析上的应用	(344)
16.5	在有机化工上的应用	(346)
16.5.1	TLC用于高分子(塑料、橡胶)	(346)
16.5.2	TLC用于石油、煤化工	(347)
16.5.3	TLC用于染料和表面活性剂	(349)
16.5.4	TLC用于抗氧(化)剂	(350)
16.5.5	TLC用于其他有机物	(351)
第十七章	薄层色谱法在农药残留量分析上的应用	(358)
17.1	残留农药的提取	(358)
17.1.1	提取溶剂	(358)
17.1.2	提取方法	(359)
17.2	纯化	(361)
17.2.1	柱层析法	(361)
17.2.2	液液分配	(378)
17.2.3	磺化法	(379)
17.2.4	薄层层析法	(379)
17.3	薄层色谱法鉴定农药	(380)
17.3.1	R_f 值—原位扫描吸收光谱定性鉴定法	(380)
17.3.2	系统分离鉴定法	(382)
17.4	薄层色谱法在农药残留量分析中的应用	(389)