

No. 579

# 毒物的薄层层析法

(内部材料)

公安部刑事技术研究所

一九七六年三月

No: 579

3

1

# 毒物的薄层层析法

(内部材料)

公安部刑事技术研究所

一九七六年三月

76817981  
12

## 目 录

第一 节 薄层层析的发展.....	( 1 )
第二 节 薄层层析的原理和分类.....	( 2 )
第三 节 薄层层析的基本操作、特点及用途.....	( 4 )
第四 节 薄层层析的吸附剂.....	( 6 )
第五 节 薄层板的涂布.....	(10)
第六 节 薄层层析的操作.....	(16)
第七 节 薄层定性检验的注意事项.....	(22)
第八 节 安眠、镇静药物的薄层定性检验.....	(24)
一、巴比妥酸盐类安眠药.....	(24)
二、吩噻嗪类镇静药.....	(30)
三、其他安眠、镇静药.....	(35)
第九 节 生物碱类及性质相似药物的薄层定性检验.....	(42)
第十 节 农药的薄层定性检验.....	(52)
一、有机磷农药.....	(52)
二、有机氯农药.....	(64)
第十一节 薄层定量检验.....	(70)
附录 常见安眠、镇静药和生物碱类药物的紫外吸收分光光度计分析资料.....	(76)

## 第一节 薄层层析的发展

薄层层析是二十世纪五十年代发展起来的一种新型、微量、快速的分析方法。早在一九三八年就曾有人在显微镜载片上铺氧化铝吸附剂，以分离酒精制剂中的药物。自一九五一年人们才对这种方法进行了比较系统的研究，于一九五八年始应用。由于这一方法所具有快速、灵敏、分离效果好的特点，它已应用于各种类型的天然与合成的有机物质的精制、分离、定性和定量检验工作中。

我国薄层层析法现在应用的较广。在医药方面，多用于对中草药及合成药物的分离鉴定；在农业方面，用于对农产品中农药残留量的测定。其它化工检验、环境监测等部门都有较广泛的应用。

随着这一新技术的发展，一九六五年前后，在刑事化验工作中已开始引用。特别是经过无产阶级文化大革命和批林批孔运动，薄层层析技术在刑事化验工作中有了较大的发展，能进行微量毒物的鉴定。过去化学检验需要几十克甚至上百克检材，现在可用几克检材、几毫升体液即可进行定性、定量分析；也可检验脑、血液、肝和肾等脏器中含有的微量毒物；还可对化学分析不易解决的结构相似的化合物进行鉴别如巴比妥类、丙嗪类中各种药物的区别；有机磷、有机氯的鉴别等。

## 第二节 薄层层析的原理和分类

### 一、薄层层析的基本原理：

它是利用混合物中各组分的物理、化学性质的差别，各组分可不同程度的分布在两个不相混溶的相中，其中一个相为固定的（叫固定相），另一个相是流过固定相的（叫流动相）。各组分以不同速度移动的结果，从而达到分离。这种方法也是一种物理的分离方法。如用硅胶作薄层分析时，硅胶是固定相，展开剂是流动相。硅胶对各成分的吸附力有大有小，展开剂流过硅胶上的各成分时，吸附得牢的成分较难被展开剂解吸，吸附得较弱的成分较易被展开剂解吸。因此，各成分在展开过程中，在展开剂上连续不断地进行吸附、解吸附，使各成分移动速度产生了差别，从而达到了分离。

### 二、薄层层析分类：

#### （一）吸附层析：

利用检材各成分在吸附剂上吸附能力不同，当用一定溶剂展开时，不同成分的化合物在吸附剂和展开剂之间发生连续不断的吸附、解吸附、再吸附、再解吸附，从而达到分离的目的。硅胶、硅藻土、氧化铝层析都属于吸附层析。在毒物分析工作中，大部分毒物用吸附层析可以进行分离，尤其是硅胶吸附层析应用较广。

#### （二）分配层析：

分配层析是利用被分离成分在两种不相混溶的液体之间的分布情况不同而得到分离。相当于一种连续性溶剂提取过程。薄层上支持剂附着固定相，用另一种与固定相不相混溶的溶剂作流动相，这种分离不是经过吸附程序，而是由溶剂提取来完成。流动相与固定相发生接触，由于样品中各成分在两相之间溶解度不同，易溶于流动相的成分移动快，在固定相中溶解度大的成分移动慢，因此，各成分得到分离。

分配层析常用的支持剂有纤维素、硅藻土、硅胶，它们吸附一定量的水，各种缓冲液、酸溶液、甲酰胺、丙二醇等试剂作为固定相，再用与固定相不相混溶的流动相来展开。此法对某些结构相似但溶解度不同，用吸附层析不能分离的物质有时能获得较好的效果。

此外，还有离子交换层析及薄层电泳等。离子交换层析是用离子交换树脂为吸附剂作成薄层，利用离子交换剂对不同物质的亲和力程度不同而达到混合物分离的目的。

薄层电泳，即用硅胶G或其它层离板代替层离纸，在一定的条件下给以稳定的直流电流时，与纸上电泳法一样，带电质子在薄层上向电极移动而达到各种化合物相互分离。

以上这两种薄层层析法由于条件限制，至今未得到广泛应用。

### 三、薄层层析与其它层析方法的关系：

#### (一) 柱层层析：

是将吸附剂或支持剂装入玻璃管（柱）中，以流动相通过管（柱）子，从而将混合物进行分离的一种方法。由于在管（柱）中分离，对无色化合物不能进行色斑显现，一般不作鑑定手段，此法仅作分离、淨化用。

#### (二) 纸层层析：

与薄层层析相似，是以滤纸作支持剂，纸中含水或其它试剂作固定相，用一定溶剂系统展开而达到分离鑑定的目的，此法可用于定性和定量测定。优点是重现性强，分离效果好。缺点是费时太长，一个操作至少须2至4小时多至几十小时，灵敏度低。

#### (三) 气体色层（气相色层）：

可分吸附、分配气相色层两种。流动相是气体，用各种灵敏的检定器来检测各种成分。其特点是样品用量很少（一般用几微克到几毫克即可）、分析速度快（几分钟到几十分钟内完成）、准确。可作有机物质的定性、定量分析。缺点是样品只限于挥发性物质。

#### (四) 高压液体色谱：

是近年来刚发展起来的一种新型仪器，基本原理与柱层析相同，柱直径很细仅几毫米，对吸附剂有一定要求，流动相液体通过高压泵进入色层柱，分离后各成分用近代化鑑定器如紫外吸收等方法来检测。优点是分析范围广、速度快（最快几秒钟即可）、能作定性、定量分析。此种仪器北京分析仪器厂已试制成功名为SY—01型液相色谱仪。

### 第三节 薄层层析的基本操作、特点及用途

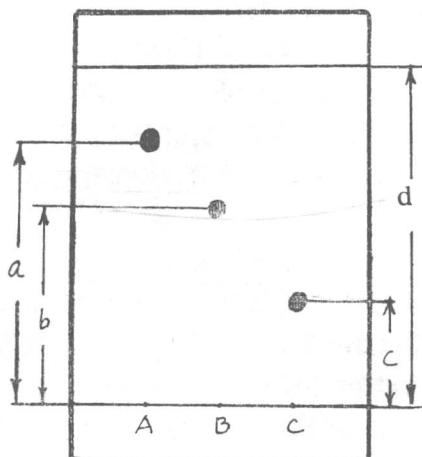
薄层层析法的基本操作方法，是在玻璃板上涂布一层吸附剂（硅胶、氧化铝等）用毛细管将样品溶液点在薄层起始线上，待溶剂挥散后，把薄板置于层析缸内，用一定的展开剂，也可用单一的溶剂或混合溶剂展开。溶剂前沿到达离原点十至十五公分后可取出干燥、显色。

$$\text{比移值 (即} R_f \text{ 值)} = \frac{\text{斑点中心至起始线距离}}{\text{溶剂前沿至起始线距离}}$$

$$A \text{ 点比移值} = \frac{a}{d}$$

$$B \text{ 点比移值} = \frac{b}{d}$$

$$C \text{ 点比移值} = \frac{c}{d}$$



物质的比移值决定于吸附剂性质和活度、展开剂性质、薄层厚度、展开方式、层析缸中蒸气饱和程度，点加样品量，展开距离等条件。

薄层层析具有柱层析、纸层析两者的优点，其特点如下：

(一) 速度快。薄层展开时间短，一般在几到几十分钟，最多一个多小时，纸层析一般得几小时到几十小时。

(二) 灵敏度高。比纸层高十到一百倍，通常在一微克到几十微克，最低可检出十分之几微克。纸层析为十到五百微克。

(三) 显色方便，应用范围广。可以用多种试剂甚至腐蚀性显色剂显色，如用浓硫酸、强碱等。

(四) 分离效果好。可选各种吸附剂，可作吸附、分配层析等。凡用纸层能进行分离的薄层也都能分离。

(五) 可作制备手段。既适用于几到几十微克的小量样品分离，也适用于五百毫克较大量样品的分离，即把薄层加厚，把样品点成一条线进行分离。

(六) 设备简单，操作方便。作过毒物化验工作的同志，备有层析板、展开槽、喷雾瓶，经自己摸索即可初步掌握此项技术操作，进行薄层层析法检验毒物。

薄层层析在刑事技术中的应用：

(一) 各种微量有机化合物的定性检验。不仅在毒物化验工作中具有很大的优越性，也可利用薄层层析检验染料、色素、糖类、油类等物质；在法医物证检验中可利用检验无精子精斑及腐败精斑。

(二) 利用薄层分析进行毒物定量检验。刑事化验工作中目前特别需要解决安眠、镇静等药物的定量分析问题。利用薄层分析进行毒物定量，可用目测法、测面积法计算含量。如果操作精确、熟练，误差可控制在百分之十至二十以内。

(三) 薄层层析配合其它仪器进行有机物质定性、定量检验，即叫制备薄层。用薄层分离物质可配合紫外分光光度计、红外分光光度计及质谱仪等进行定性检验，也可配合紫外、可见和萤光光度计作定量测定。这种方法现在不少单位已在应用。

## 第四节 薄层层析的吸附剂

薄层层析是直接在吸附剂上进行的。吸附剂的性质直接影响分离效果，用于薄层的吸附剂要求表面积大，内部多孔，有吸附能力，在展开剂中不溶解，对展开剂和检品不起化学作用的白色物质。对吸附剂颗粒大小、酸碱性和活性均需有一定的要求。

(一) 吸附剂的吸附能力与颗粒大小有很大关系。吸附剂表面积大的吸附能力就强。

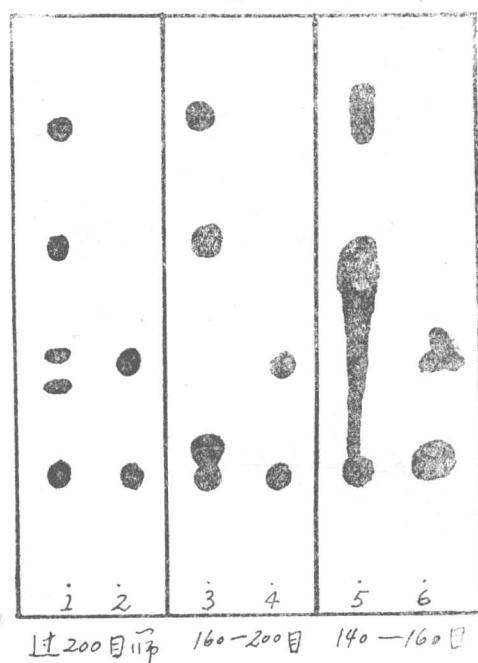
例如，每边为一立方厘米的物体，总面积为六平方厘米。如果把它分割成每边为0.1毫米的立方体，它们的表面积总和则等于六百平方厘米，比原来增大一百倍，吸附能力就大为提高。

吸附剂颗粒大小对分离效果、比移值( $R_f$ 值)和层析速度均有一定影响。常用的硅胶和氧化铝要求颗粒能通过一百五十到二百目筛，最好过二百目筛。纤维素和聚酰胺等有机吸附剂颗粒要求过七十到一百四十目筛。一般说颗粒细，斑点圆而集中，分离效果就好，往往能将不易分离的物质分开。从图中可以看出，过二百目筛的吸附剂分离效果最好，一百六十到二百目次之，一百四十到一百六十目最差。但吸附剂的颗粒也不是越细越好，颗粒太细时展开的慢，有时分离效果并不好。因此，颗粒大小固定在一定范围内，薄层保持一定厚度，则试验重复性就好。

\* \* \*

右图中氧化铝细度对分离效果的影响：

1、3、5系东莨菪碱提取液；2、4、6系阿托品和东莨菪碱标准品溶液。  
(其它条件均相同)。



(二) 吸附剂的酸碱性：

吸附剂的酸碱性，对各种化合物的吸附能力有很大影响。如酸性硅胶G或酸性氧化铝适用于分离酸性或中性化合物。对碱性化合物吸附能力强，如用中性展开剂，碱性化

合物在原点不动或得出拖尾的斑点而不能很好的分离，所以酸性吸附剂，一般适用于含酸性基团或中性的化合物，如巴比妥类安眠药等。碱性吸附剂，一般适用于含碱性基团或中性化合物，如生物碱等。但改变展开剂的性质，如在硅胶板上分离生物碱，在中性展开剂中加入二乙胺等碱性物质，则生物碱等碱性物质也能很好分开。然而值得注意的是有些化合物如有机磷农药，属于磷酸酯类化合物，在碱性吸附剂上容易分解，最好不使用碱性吸附剂。

### （三）吸附剂的活性（活度）：

吸附剂的活性，对分离效果影响较大。活性大小与含水量有关，含水量高则活性低，含水量低则活性高。进行薄层层析时，必须选择有适当活性的吸附剂，才能有针对性的使不同化合物得到分离。硅胶与氧化铝的活性与含水量的关系附表如下：

氧化铝含水量 (%)	活性	硅胶含水量 (%)
0	I	0
3	II	5
6	III	15
10	IV	25
15	V	38

### 含粘合剂硅胶活度级的测定（标定）：

取对二甲氨基偶氮苯，靛酚兰和苏丹红各10毫克，分别溶于1毫升氯仿中，点加于薄层上，点的直径为1到2毫米，用正己烷：乙酸乙酯（9：1）展开，在30到60分钟内溶剂走10厘米为宜。三种染料能分开，对二甲氨基偶氮苯走在溶剂前沿，靛酚兰其次，苏丹红最后，则认为活性合格。这样的硅胶活度与Brockman法标定的Ⅱ级氧化铝的活度相当。

### 氧化铝活度级的标定：

取偶氮苯30毫克，对甲氧基偶氮苯、苏丹红、苏丹黄和对氨基偶氮苯各20毫克，分别溶于50毫升四氯化碳中。分别取0.02毫升溶液，点加于氧化铝薄层上（玻璃板9×24厘米，薄层厚度约0.5毫米），原点间隔1.5厘米，离板下端3厘米，用四氯化碳作展开剂，展开后测定各种染料的比移值。根据下表所列的R<sub>f</sub>值确定活度级。

常用的氧化铝活度级为Ⅱ～Ⅲ级。有时为了分离极性较大的物质，需降低氧化铝的活性，一般加入4%到6%的水或醋酸，可使活度降低一级。

在实际工作中，常以控制活化温度和活化时间的办法，来取得一定活度的薄层层板，活化后必须储存在有吸水剂（变色硅胶）的储存箱内，不然薄层吸收空气中的水分（特别在潮湿季节），对薄层活度影响较大。在空气中吸水后活度降低的薄层，使用前应再活化。

偶 氮 染 料	氧 化 铝 的 活 度 级 (按 Brokman 和 Schodder 划分)			
	II	III	IV	V
偶 氮 苯	0.59	0.74	0.85	0.95
对甲氧基偶氮苯	0.16	0.49	0.69	0.85
苏 丹 黄	0.01	0.25	0.57	0.78
苏 丹 红	0.00	0.10	0.33	0.56
对氨基偶氮苯	0.00	0.03	0.08	0.19

#### (四) 常用的吸附剂:

##### 1. 硅胶:

硅胶是一种应用非常广泛的吸附剂，其性质稳定，薄层分析重现性好，分离效果好，能分离绝大部分毒物。

层析用硅胶，一般以 $\text{SiO}_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$ 表示，系多孔性的硅氧环— $\text{Si}—\overset{|}{\text{O}}—\overset{|}{\text{Si}}$ —交链结构。

由于其骨架表面具有很多硅醇— $\text{Si}—\overset{|}{\text{OH}}$ 基团，故能与极性化合物形成氢键，此基团也能吸收多量水分，吸收的水分成游离状态存在。加热至100°C左右，水分能可逆的除去。当水分达到17%以上时，吸附力极低，硅胶只可作分配层析支持剂。硅胶加热温度不可过高，在170°C以上，即有少量结合水失去，活性降低；加热至400°C，不可逆的失去结合水，从硅醇结构变成硅氧环结构，因为硅胶的吸附力与硅醇基团数量有关，因此，加热温度过高，吸附能力反而降低。

随着我国化学试剂生产发展，适用于薄层分析硅胶现市场上已有商品出售。硅胶有加粘合剂和不加粘合剂的，还有加入萤光指示剂的。加入石膏粘合剂的硅胶，商品名叫硅胶G（G即石膏英文名Gypsum的字头G）；不加粘合剂的硅胶，商品名叫硅胶H；加入萤光剂的硅胶则叫硅胶GF366、硅胶GF254（F表示萤光，366、254系指波长）；另外还有硅胶HF254及硅胶HF254与366等品种。

如能用到商品薄层硅胶，使用方便，其产品质量也能满足要求。如无商品薄层硅胶时，可以自制薄层硅胶，方法如下：

用市场出售层析硅胶（一般是60到325目），过200目筛，筛下部分即可应用，筛上部分用球磨机磨碎后再过筛应用。

工业用白色硅胶，因含有较多量杂质铁及铅，影响分离效果，对不稳定化合物促进氧化分解，对某些显色剂也有干扰。因此，必须处理。首先磨细过200目筛，再用浓盐酸或6N盐酸浸泡24小时以上，不时振摇，或用柱将硅胶装入后，以浓盐酸洗柱。此

时，盐酸呈黄色，倾出盐酸，如盐酸黄色较深，有时需用盐酸洗二到三次，洗后用自来水洗至PH 6 左右，再用蒸溜水洗至无氯离子反应为止，在100°C 烘12小时以上，备用。

以上制得硅胶，均可制成加粘合剂或不加粘合剂薄层使用。

## 2. 氧化铝

我国生产的氧化铝质量较好，并有硷性 (PH 9)、(中性 (PH 7)、酸性 (PH 4))、三种规格，一般过筛后即可使用。氧化铝多用于快速干法薄层层析。

氧化铝的活化法：

氧化铝的吸附作用与含水量有关，含水量低活性高，吸附力强，含水量高、活性低，吸附力弱。活化过的氧化铝吸水后，吸附力也会降低。因此，需重新活化除去水分。活化方法有以下几种：

于120°到150°C 烘12小时以上；

于350°C 烘 2 小时以上；

于450°C 烘 2 小时以上。

活化温度不宜过高。当加温至500°C 以上，表面积就会缩小。因此，活化温度过高，吸附能力反而会下降。

湿法用氧化铝G 也有商品出售。

此外，用于柱层析吸附剂的聚酰胺、纖维素和硅藻土等，一般均可用于薄层层析。聚酰胺主要分离带酚羟基、醌基和硝基化合物；纖维素和硅藻土主要用于分配层析。

## 第五节 薄层板的涂布

薄层板是将吸附剂均匀地铺在玻璃板上成为薄层。所用玻璃板必须表面光滑、洁净、清洗不净则吸附剂容易脱落。玻璃板的大小，常用的有 $5 \times 20$ 、 $10 \times 20$ 、 $20 \times 20$ 公分的规格，可根据需要而定。

薄层板分含粘合剂，不含粘合剂二类，常用粘合剂有煅石膏、羧甲基纤维素（简称CMC）和淀粉。

选择粘合剂的原则是：必须有一定粘合力、与被测物质和显色剂不起化学反应。

几种粘合剂的优缺点：

煅石膏：优点是不与腐蚀性显色剂和有机显色剂起化学反应，粘合力中等，缺点是薄层不太牢固。一般常用。

羧甲基纤维素钠：优点是粘合力强，可在薄层上用铅笔写字，对一般显色剂不起化学反应，缺点是如用浓硫酸显色加热后有炭化变色现象。

淀粉：粘合力中等，易被腐蚀性显色剂及含碘试制干扰，一般很少用。

### 一、含粘合剂薄层板的制法：

薄层的厚度，对定性和定量要求在0.2到0.4毫米，常用的为0.25毫米左右。如作分离薄层厚度要求在0.5到1毫米。

涂板方法有：涂布器涂布和手工涂布两种

#### （一）涂布器涂层法：

1. 简易涂布器的制造：涂布器一般是用金属制成的，现市场上还没有商品，本着自力更生的精神，自制简易涂布器基本上可满足薄层定性、定量工作上的需要，制法如下。

原料和工具：

原料：4毫米厚平滑塑料板，3毫米普通窗玻璃，3毫米厚的有机玻璃直尺，乳胶（聚醋酸乙烯乳液）、氯仿。

工具：锯、刨和不同细度的砂纸。

涂布器的规格和要求：

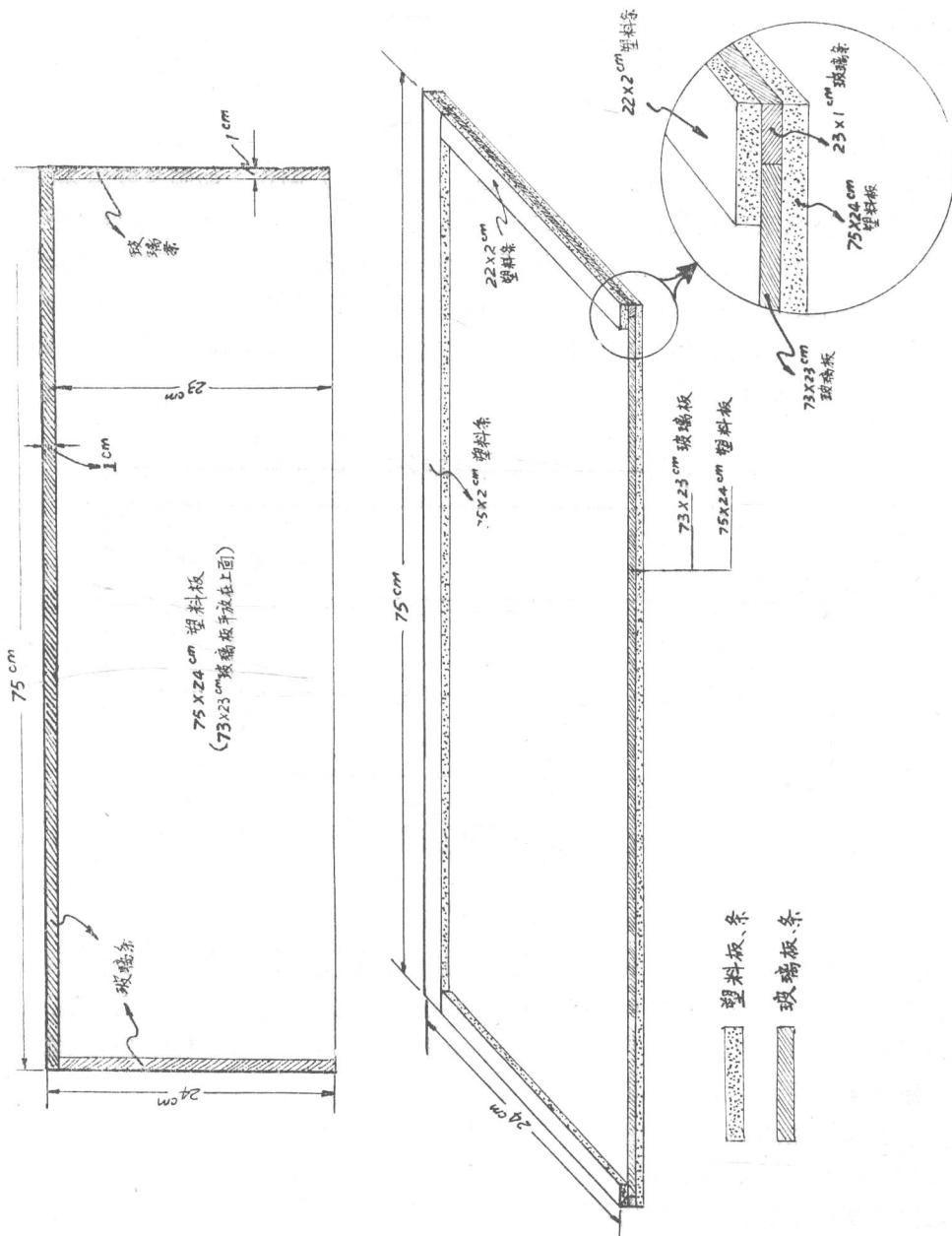
涂布器由托板和涂布槽两部分组成。托板的规格，可根据层析板的规格选定，一般有 $5 \times 20$ 、 $10 \times 20$ 、 $20 \times 20$ （厘米）三种规格较适用。

涂布槽的规格，可根据层析板的规格和薄层的厚度选定。薄层厚度一般有0.3、0.4、0.5毫米，涂布槽的长度有5、10、20公分。

托板要平滑、涂布槽涂层的厚度要均匀。

工艺过程：

托板的制造：如图五（1——2）所示，切割塑料板、条和玻璃板、条。如制作宽

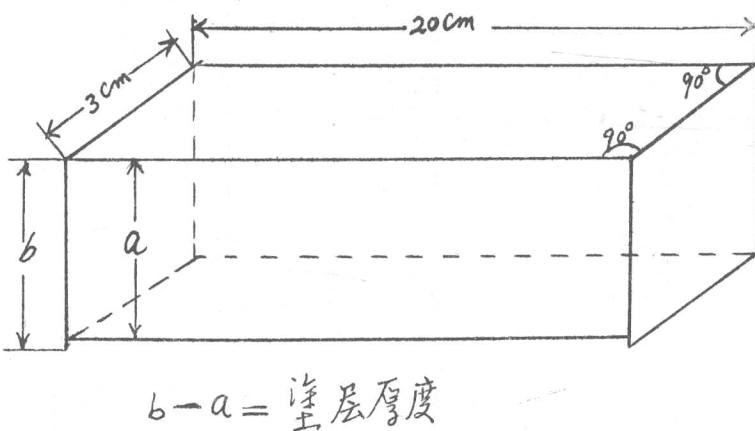


图五（1—2）

20公分、涂 $20\times 20$ 厘米三块层析板的托板，可切割长75厘米、宽24厘米的塑料板一块；长75厘米，宽2厘米一条和长22厘米、宽2厘米二条；切割长73厘米、宽23厘米的玻璃一块；长75厘米、宽1厘米一块和长23厘米、宽1厘米二块。将切割好的塑料板条的边要求刨平，把玻璃板、条的边尽量磨光滑。如图所示，将切割好的塑料与玻璃，依次用乳胶粘固，要求所涂的乳胶层厚度均匀，然后平放，压紧粘合处，经24小时后可以使用。（其粘合过程见上图）。

#### 涂布槽的制造：

可用0.3厘米厚的有机玻璃直尺（可免去磨平的手续）制作。如制长度为20厘米的涂布槽，可切断有机玻璃直尺长3厘米二块、长20厘米二块。切割处用细纱纸磨平。如图五一3所示，将切割磨光滑的有机玻璃直尺，组成一个长方形的槽，其中一个长边，可根据薄层厚度的要求，用金属标准厚度尺（或用双面刮胡刀片代替，刀片厚度为0.1毫米）精确控制高度，如图（b-a）值，也就是涂层厚度，然后用氯仿将接头处粘固，自然凉干，一小时后即可使用。



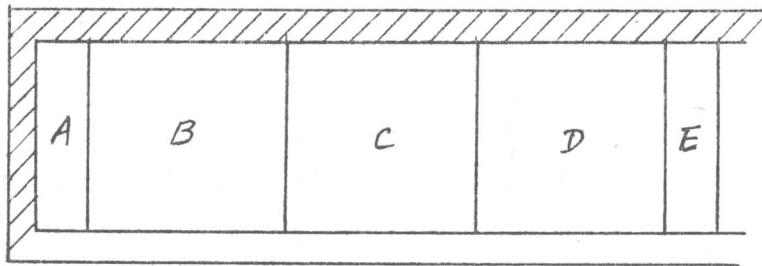
图五一3

用简易涂布器涂层时，先将欲涂布的玻璃板在托板上放好，玻璃板的接头处要求平（如有不平处，可用纸片垫平）。在托板的两端放宽 $20\times 5$ 厘米的玻璃板（如图五一4A、E）以便放涂布槽及最后收集涂浆。涂层时如图（五一5）所示，用力压住涂布槽拉着前进，速度要求均匀，中途不要停顿。

#### 2. 硅胶G板制法：

称10克硅胶G于带塞三角瓶中，加水20毫升，用力振摇45到60秒钟，立即将浆液倒入涂布槽，迅速涂层。此种配比及操作制得薄层比较紧密，一般无气泡，斑点集中，分离效果好。薄层厚度3毫米 $20\times 20$ 公分玻片约需硅胶G 5克。硅胶加水量也有1：3或1：4的。

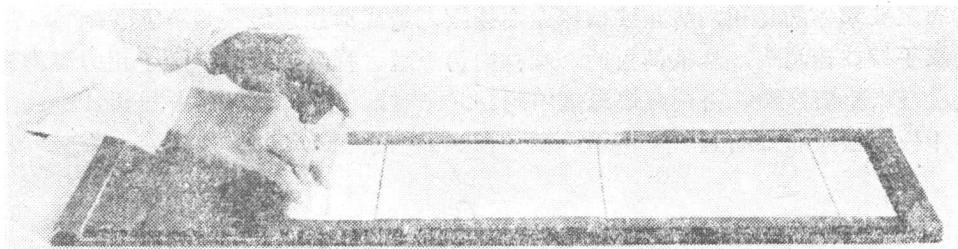
如无硅胶G，可将自制过200目筛的硅胶粉（或商品硅胶H）加15%石膏粉，磨匀即得硅胶G。



A·E 20×上(厘米)玻璃板

B·C·D 20×20厘米

图五一4



图五一5

市售石膏处理方法：分析纯的硫酸钙 ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )，失水而成半分子水的硫酸钙 ( $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ )，于 $180^\circ\text{C}$  烤 2 小时，过 200 目筛制得。其粘合力尚好，烤的温度不宜超过 $200^\circ\text{C}$ ，否则成无水硫酸钙，即失去可凝固的作用。

### 3. 硅胶CMC板制法：

取 0.5 克羧甲基纤维素钠，于 100 毫升至 200 毫升水中，煮沸半小时后使用。

取硅胶 10 克，加羧甲基纤维素钠溶液 15 毫升左右，振摇或研磨后，倒入涂布槽中，立即涂层。

#### (二) 手工涂薄层：

倾注法：取一定量含粘合剂的吸附剂粉末，置于小乳钵（或小烧杯）中，按需要加入 1 : 2 至 1 : 4 的蒸馏水，研磨至成稀糊状，倾倒在玻璃板上，均匀摇晃，并在木台上轻轻振动玻璃板，使吸附剂均匀涂布。

控制薄层厚度的办法，是以固定每块板上吸附剂的用量，操作熟练后制得薄层可作定性检验。但较宽的板不易涂匀，一般不适于作定量检验。

上述铺好的薄层，放于水平台上，以保持板的厚度均匀，待其水分自然挥发干燥，薄层不流动时，再进行活化。活化程度，可根据所分析物质而定，如分析极性强的化合物，在室温放置干燥即可。一般硅胶薄层，在 $110^\circ\text{C}$  活化半小时至 1 小时。当需要活性

强时，有时需 $150^{\circ}\text{C}$  烤 3—4 小时。在毒物分析工作中，硅胶板活化一般在 $110^{\circ}\text{C}$  烤半至一小时即可。

## 二、不含粘合剂薄层板的制法：

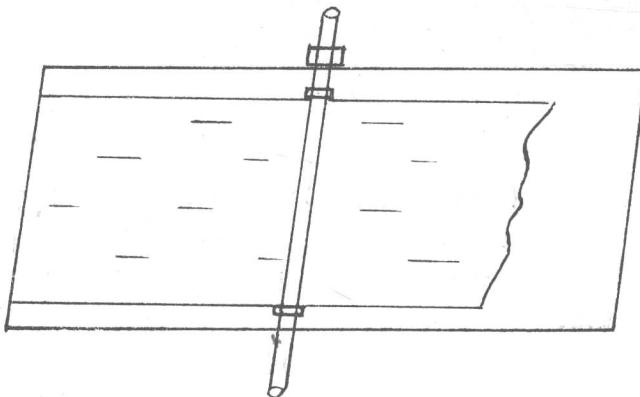
不含粘合剂的薄层，常用的主要有氧化铝薄层。此外还有纤维素、聚酰胺、硅胶和硅酸镁薄层。

### 氧化铝干板薄层制法：

取活性合格的氧化铝，过140至160目筛，在水平桌面上放一块大玻璃，在玻璃上铺一大张洁白光滑的纸，把所需一定规格的层析板放在纸上，把氧化铝均匀撒在层析板上，取一根表面光滑粗细一致笔直的玻璃棒，在玻璃棒两端相当处缠上胶布（一层胶布的厚度约为0.25毫米），所缠胶布的厚度，即薄层厚度。一般用于定性、定量、分离的氧化铝薄层厚度为0.5至1毫米，另在玻璃棒的一端缠5到6层胶布，以此在推制薄层时起固定玻璃棒的作用，防止玻璃棒左右摇摆，造成薄层边缘不整齐。

双手持玻棒两头，从玻璃板的一端推向另一端；推移玻棒时，两手用力要均匀，速度要缓慢，不要停顿，否则薄层厚度不均匀。

干板薄层涂布如图五一6 所示



图五一6

## 三、烧结薄层板：

是以玻璃粉为主要原料，混有一定量硅胶粉，在高温下烧结而成。其优点是薄层牢固，不易脱落，用过后经处理，可反复使用。其特点是展开速度快，一般5到10分钟，携带方便，不需要特殊干燥保存，适合于现场化验用。制法如下：

### 原料和工具：

玻璃板：厚度要求在2毫米、大小以 $6 \times 15$ 公分为宜。

玻璃粉：用上述玻璃板质量相同的玻璃洗净打碎，用球磨机磨粉，过200目筛。

硅胶粉：过200目筛。