

薄层
色谱
速查
手册

薄层 色谱 速查手册

主编 刘 勇 刘永刚

400 多个问题，
让你全面了解薄层色谱技术。

告诉你，
遇到问题，你该怎么办！

 人民卫生出版社



薄层色谱速查手册

主 编 刘 勇 刘永刚
副主编 马 群 陈玉娟 刘 倩
王秀丽 陈 鑫
编 委 (以姓氏笔画为序)
王宝珍 王宝珍 王宝珍
刘 倩 刘 倩 刘 倩
李德智 李德智 李德智
陈 鑫 陈 鑫 陈 鑫
黄权华 黄权华 黄权华

人民卫生出版社

图书在版编目(CIP)数据

薄层色谱速查手册/刘勇等主编. —北京:人民卫生出版社, 2011. 7

ISBN 978-7-117-14435-3

I. ①薄… II. ①刘… III. ①薄层色谱-手册
IV. ①O658. 1-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 098172 号

门户网: www.pmph.com	出版物查询、网上书店
卫人网: www.ipmph.com	护士、医师、药师、中医师、卫生资格考试培训

版权所有, 侵权必究!

薄层色谱速查手册

主 编: 刘 勇 刘永刚

出版发行: 人民卫生出版社 (中继线 010-59780011)

地 址: 北京市朝阳区潘家园南里 19 号

邮 编: 100021

E - mail: pmph@pmph.com

购书热线: 010-67605754 010-65264830

010-59787586 010-59787592

印 刷: 三河市双峰印刷装订有限公司

经 销: 新华书店

开 本: 787×1092 1/32 印张: 11

字 数: 174 千字

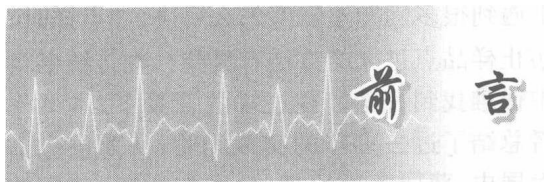
版 次: 2011 年 7 月第 1 版 2011 年 7 月第 1 版第 1 次印刷

标准书号: ISBN 978-7-117-14435-3/R · 14436

定 价: 26.00 元

打击盗版举报电话: 010-59787491 E-mail: WQ@pmph.com

(凡属印装质量问题请与本社销售中心联系退换)



薄层色谱法是一种传统的微量分离鉴定方法,由于其分离效果好,样品用量少,分析速度快,成本低,操作方便简单,过去的 60 多年中,在许多领域,尤其在化合物定性方面,占据重要的位置,并且已经在化学、化工、医药、临床、农业、食品等各个领域得到广泛应用。随着预制薄层板的发展,完全自动化设备的引入和现代高效薄层色谱 HPTLC(High performance thin-layer chromatography)的出现,薄层色谱已能进行高精度的定量分析。

国内从 20 世纪 60 年代开展薄层色谱分析以来,已历时 50 余年。随着高性能仪器如高效液相色谱(HPLC)的广泛应用,人们越来越关注高性能仪器,薄层色谱技术开始被淡化,尽管如此,薄层色谱在分析实验中的地位还是无法被取代的,尤其在化学,环境毒理学,食品、植物材料和中草药分析方面,薄层色谱依然是前期实验分析的首选方法。

高性能仪器的大力推广,使人们对薄层色谱的认识存在某些误区,导致薄层色谱的很多应用技术面临“失传”,以致在实践工作



中遇到很多问题不知道怎么解决,如点样时,防止样品点过大的方法有哪些?在传统书目中很难找到答案。在这样的背景下,本书作者总结了过去多年的实践经验,从薄层色谱发展史,薄层色谱原理,薄层扫描法,薄层荧光衍生化技术,薄层原位化学反应,薄层色谱中药指纹图谱,薄层色谱实验中的常见问题等几方面就薄层色谱技术在实际应用方面进行阐述。共列举并回答了近 500 个常见问题,从原理到方法,为在一线工作的技术人员、学生和其他科研工作者提供了参考。本书针对实际应用中存在的具体问题,采用一问一答的形式给予解答。本书首先简单地介绍了薄层色谱的发展史,然后重点介绍了薄层色谱的原理,并围绕理论和实践应用进行展开,通过解决在实践中遇到的问题,让读者深入了解薄层技术,更好地利用薄层色谱,解决工作中遇到的问题。

我们认为薄层色谱作为一种传统的、经典的、有竞争力的分析方法,可以解决复杂的分离和鉴定问题,并且是高端技术,如 HPLC 技术的有益补充。编者也相信这些研究工作的总结将会使读者有所收益,并且随着科学技术的发展,薄层色谱可能迎来新的发展时期。

前

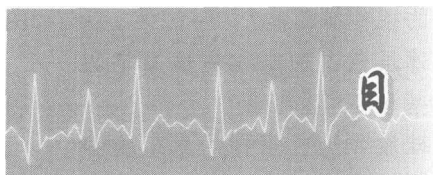
编者

2011 年 5 月

言



4



目 录

第一章 概论	1
1. 薄层色谱发展简史	1
2. 薄层扫描仪发展概况	3
第二章 薄层色谱问答	6
1. 什么是薄层色谱法？其分离机制有哪些？	6
2. 薄层色谱法应用有哪些？	10
3. 薄层色谱的特点有哪些？	11
4. 影响到薄层板层析行为的因素有哪些？	13
5. 薄层色谱的载板应该具有的特性有哪些？	15
6. 薄层色谱对吸附剂的要求有哪些？	15
7. 吸附剂对物质组分的吸附能力规律有哪些？	16
8. 常用薄层色谱吸附剂有哪些？ ...	16
9. 什么是纸色谱？薄层色谱与纸色谱相比优点有哪些？	16
10. 纸色谱的分离机制有哪些？ ...	17
11. 纸色谱中所用滤纸应该满足	



	的条件有哪些?	18
12.	薄层色谱固定相应该满足的 基本要求有哪些?	19
13.	硅胶作为吸附剂的原理有哪 些?	19
14.	以硅胶为吸附剂的薄层色谱 适合分离的物质有哪些?	21
15.	什么是键合相硅胶? 分类有 哪些?	22
16.	影响硅胶的分离效率的因素 有哪些?	23
17.	什么是氧化铝薄层? 其适用 于分离化合物有哪些?	24
18.	吸附剂氧化铝分类有哪些? ...	25
19.	什么是硅藻土薄层?	25
20.	什么是纤维素薄层色谱, 其与 纸色谱区别有哪些?	25
21.	纤维素吸附剂的分类有哪些? ...	26
22.	聚酰胺作为吸附剂的分离原 理是什么?	26
23.	什么是软板? 什么是硬板?	27
24.	为什么制备硬板要加入黏结剂? 黏结剂要求具有哪些特性?	28
25.	黏结剂品种有哪些?	28
26.	煅石膏作为黏结剂如何使用? 其优缺点有哪些?	28



27. 商品吸附剂中字母所代表的意义?	29
28. 淀粉作为黏合剂的优缺点有哪些?	29
29. 羧甲基纤维素钠作为黏合剂如何使用? 其优缺点有哪些? ...	29
30. 荧光指示剂的使用原理有哪些?	30
31. 常用的荧光指示剂有哪些? ...	30
32. 商品吸附剂标记以“F”有何含义?	31
33. 什么是络合薄层?	31
34. 络合薄层的分离原理有哪些? ...	31
35. 如何制备硝酸银薄层板、硼酸薄层板? 用途有哪些?	32
36. 什么是酸碱薄层板、pH 缓冲薄层板?	33
37. 什么是烧结薄层板? 优点有哪些?	33
38. 展开前薄层板的准备事项有哪些?	34
39. 什么是薄层板活化? 活化薄层板意义有哪些?	35
40. 是不是所有的薄层板都需要活化?	35
41. 薄层板活化需要的条件有哪	

目

录





些?	35
42. 影响点样的主要因素有哪些? ...	36
43. 在展开过程中,水蒸气的影响 有哪些?	37
44. 什么是边缘效应? 产生边缘 效应的因素有哪些?	38
45. 展开方式类型都有哪些?	39
46. 什么是双向展开? 什么是分 次展开?	39
47. 适合用双向展开的情况有哪 些?	40
48. 斑点定位方式有哪些?	40
49. 光学定位有哪些,分别在什么 情况下选择应用?	41
50. 进行定性分析的步骤有哪些? ...	42
51. 进行定量分析的步骤及方法 有哪些?	42
52. 影响吸附剂、载体选择的因素 有哪些?	44
53. 对制备薄层板的玻璃板要求 有哪些?	45
54. 如何根据样品溶解度选择吸 附剂和载体?	45
55. 吸附剂、载体酸碱性的选择原 则有哪些?	45
56. 薄层层析固定相吸附剂的颗	

目

录





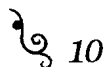
粒范围要求有哪些?	46
57. 制备碱性薄层板的步骤有哪些?	47
58. 造成薄层板表面粗糙的原因有哪些?	47
59. 为什么用 3% CMC 制硅胶 G 板正好, 而 GF254 容易脱落? ...	47
60. 为什么薄层板铺板时边和角上有些地方涂抹不上硅胶? ...	48
61. 为什么硅胶 G 铺板时比硅胶 H 容易凝固?	48
62. 硅胶板活性测定的步骤有哪些?	48
63. 薄层固定相常用的材料有哪些?	49
64. 为什么硅胶板放置后再次使用时分离效果会变差?	49
65. 在涂布薄层板时, 还没有完全涂布完, 研钵中的硅胶已经凝结, 为什么不可以加水研磨再使用?	50
66. 为什么不能用刷子洗刷涂布器?	50
67. 为什么活化硅胶板时, 时间和温度都要严格控制?	50
68. 氧化铝薄层活度测定方法及	



分级标准有哪些?	51
69. 为什么同是硅胶吸附剂,硅胶 G 和硅胶 H 在同一展开剂系统中展开的效果不一样?	52
70. 为什么不同厚度的薄层板层析的效果不一样,什么样的厚度效果最好?	53
71. 为什么烧结薄层板能重复使用?	53
72. 为什么分析生物碱时用碱性硅胶板多(或用碱性展开剂),不用碱性氧化铝板?	54
73. 1%氢氧化钠硅胶 G 薄层板制备步骤有哪些?	54
74. 为什么刚买来的 GF254 薄层板在 365nm 下检视有很多亮点,在 365nm 下做薄层扫描有干扰怎么办?	55
75. 制备用薄层板的制作步骤有哪些?	56
76. 用磷酸二氢钠、3%CMC 和硅胶 G 按一定的比例铺的薄层板,为什么表面会出现裂纹?	56
77. 制做薄层板时,为什么有的文献上要在硅胶中加入磷酸二	

目

录





氢钠溶液? 57

78. 分析用薄层预制板通常不能
用来做制备薄层吗? 57

79. 反相薄层板重复使用时方法
及注意事项有哪些? 57

80. 为什么制备硅胶 GF254 板不
需要加 CMC-Na, 而 HF254
需要用 CMC-Na? 58

81. 为什么薄层板铺完、晾干后表
面会出现小洞? 59

82. 文献中使用的 merck 硅胶
60F 254 薄层板的替代品有
哪些? 59

83. 为什么多肽薄层检识用
12mol/L 的盐酸水解后薄
层变成橘红色, 无法再观察
茚三酮显色结果? 60

84. 为什么在薄层层析时常在层
析缸的另一侧加入氨水或硫
酸把薄层板放进去预平衡?
不平衡行吗? 60

85. 硅胶 G、硅胶 GF254 这些板
在使用上有什么区别? 为什
么需要高温加热活化? 为什
么有时候需要喷显色剂而有
时候要在紫外灯下看? 61



86. 被分析物是碱性时,对板材要求有哪些? 61
87. 使用薄层层析硅胶 GF254 分离物质是否会将硅胶里的荧光成分一并洗下来? 62
88. 防止薄层层析时样品点拖尾的方法有哪些? 62
89. 防止薄层层析时斑点展开不均匀或者过大的方法有哪些? ... 63
90. 区别薄层板中的样品点过长是严重拖尾造成的还是两个物质的方法有哪些? 63
91. 点样时,防止样品点过大的方法有哪些? 65
92. 为什么点样时会出现环状斑点,怎么解决? 65
93. 为什么有时候一个成分展开后不是一个点,而是一长条? ... 65
94. 为什么薄层点样时几个点都在同一水平线上,可是展开后,由同一点展开出的数点都不在同一水平的线上,而是成斜线? 66
- 目 95. 为什么点样时是圆形斑点,展开后出现的不是圆形斑点? ... 67
- 录 96. 使用微量注射器点样时,解决

录





有机溶剂总沿着注射用的针尖外壁往上爬造成误差的方法有哪些? 67

97. 为什么双向展开一般点样量需要稍微多一些? 68

98. 目的物只能溶解在吡啶里面, 点板后扩散很大, 在紫外下就看到很严重的扩散, 解决方法有哪些? 68

99. 为什么做钠盐薄层(如鱼腥草素钠薄层), 不是一个点, 而是一条线? 69

100. 在薄层色谱上两样品点之间的距离要求有哪些? 69

101. 为什么相同浓度和体积的样品和对照品在同一块板上展开, 对照品没有出现拖尾而供试品的点有时拖尾? 70

102. 聚酰胺薄层的点样技巧有哪些? 71

103. 样品用水溶解后做聚酰胺薄层时, 防止点扩散的方法有哪些? 72

104. 为什么薄层展开时, 对照品的斑点形状完好, 但样品中与对照品一样成分的斑点不



- 完整,斑点的上面像缺了一个口一样? 72
105. 为什么甲乙两人同时在一块薄层板上点样,在同一条件下展开,乙的结果总好于甲的结果? 73
106. 以硫酸酮、对甲苯磺酰氯和吡啶为起始原料制备中间体,用薄层板检测反应是否完全,为什么在紫外下斑点直径很大? 73
107. 展开剂的合适用量为多少? ... 74
108. 为什么同一溶剂系统做出的实验结果不一样? 75
109. 选择薄层溶剂系统的方法有哪些? 76
110. 为什么使用碱性展开剂,有些生物碱层析后出现一个以上的色点? 76
111. 适合低分子量寡糖的薄层层析的展开系统有哪些? 77
112. 适于黄酮类化合物薄层层析的展开系统有哪些? 78
- 目 113. 适于蒽醌类化合物的薄层层析的展开系统有哪些? 79
- 录 114. 强心苷的薄层层析的展开系



- 统有哪些? 80
115. 生物碱类化合物的薄层层析的展开系统有哪些? 81
116. 挥发油的薄层鉴别用的展开系统有哪些? 83
117. 萜类化合物的薄层层析用的展开系统有哪些? 83
118. 胆汁酸类成分的薄层层析展开系统有哪些? 84
119. 皂苷类成分的薄层层析展开系统有哪些? 85
120. 香豆素类化合物常用的展开系统有哪些? 87
121. 为什么分析香豆素类化合物时,斑点容易出现拖尾,极性较大的更明显,怎么解决? 88
122. 木质素类化合物常用的薄层展开系统有哪些? 88
123. 为什么薄层展开的时间有时候很长,达到1个小时以上? ... 88
124. 为什么上行展开法要用方形展开槽? 89
125. 使用含水系统的溶剂时加快上行展开的速度的方法有哪些? 90
126. 在同一薄层板上分离并兼顾

目

录





	极性相差较大的多种化合物的方法有哪些?	90
127.	为什么有时候会出现边缘效应?	91
128.	为什么在同一展开槽、用同一溶剂展开,第一次效果比第二次好?	91
129.	为什么不同批次、不同厂家的溶剂不要一起用?	92
130.	分离未知物时,选择合适展开剂的技巧有哪些?	93
131.	聚酰胺薄层色谱溶剂选择有哪些方法?	95
132.	适合甾体和甾醇类化合物的薄层展开系统有哪些?	96
133.	氨基酸的薄层展开系统有哪些?	97
134.	脂肪酸类化合物的薄层展开系统有哪些?	97
135.	类脂类的薄层展开系统有哪些?	98
136.	一般分析农药的薄层展开系统有哪些?	98
目	137. 分析食用色素的薄层展开系统有哪些?	99
录	138. 分析磺胺类化合物的薄层色	