



層析法

Chromatography

<http://orglab.thu.edu.tw>



1. Gas-Chromatography (GC)

Liquid- Chromatography (LC)

2. Absorption- desorption equilibrium:

Different partition within two phases
(mobile phase & stationary phase)

Mobile phase – eluent

Stationary phase – gel (silica gel ,alumina)

3. Mobile phase – polarity of solvent (co-solvent)

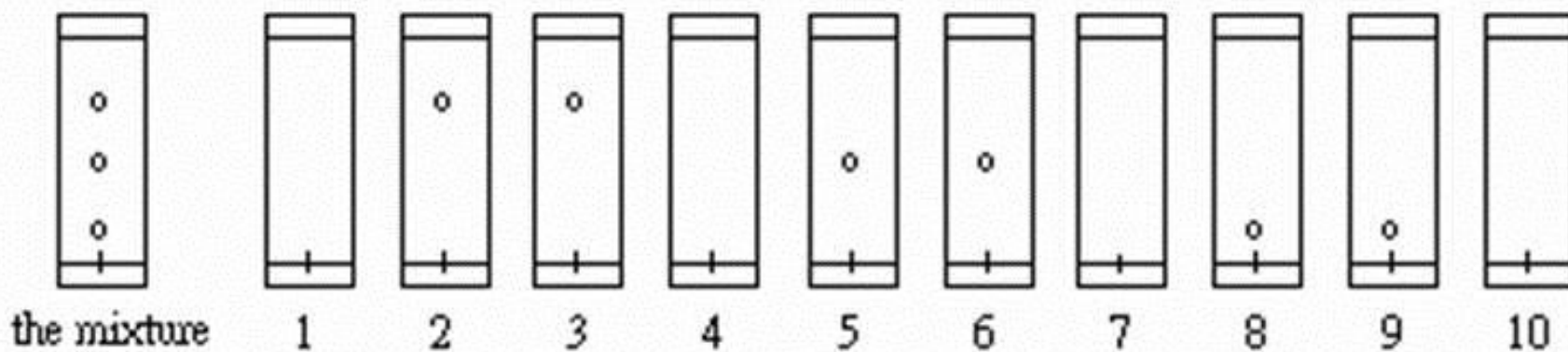
Stationary phase – coated on the support (Ex:Si-OH)



(1) To determine the number of components in a mixture
(鑑定混合物中化合物的數量)

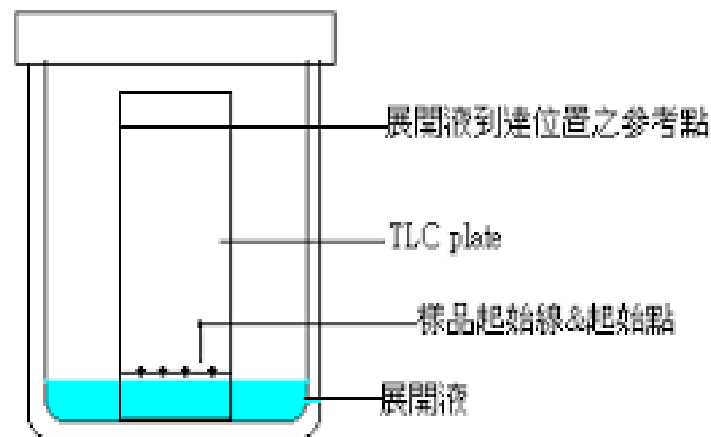
(2) To determine the identity of two substances
(分辨兩種物質)

☆(3) To monitor the progress of a reaction
(判定反應的過程)



(偵測管柱層析)

- (1) 滴點不可浸入液面
- (2) 每次沖堤液皆須重新配
- (3) TLC沖堤液與管柱層析比例不同
- (4) TLC板平行放入液面



有顏色：直接觀察

無色：

(1) I₂ chamber

(2) uv lamp {short & long wave}

$\lambda = 254 \text{ nm}$



用鉛筆在TLC片上畫上起始線、終止線與標記線



用毛細管在標記處點上混和液 (<0.2cm) × 3次



照 uv 燈, 以確定濃度 (管柱後, 一定要照)



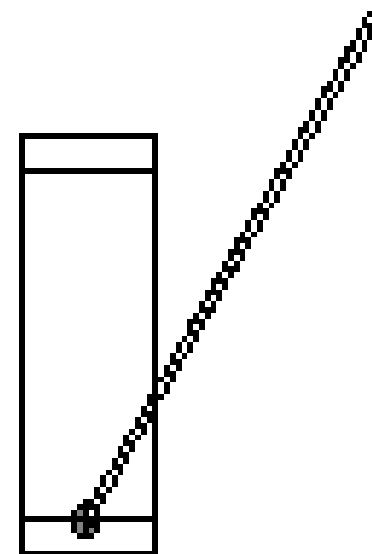
將沖提液倒入展開槽中
(hexane/CH₂Cl₂ = 2mL/0.5mL)



用鑷子將TLC片平放入展開槽中展開



溶劑前緣到終止線馬上取出

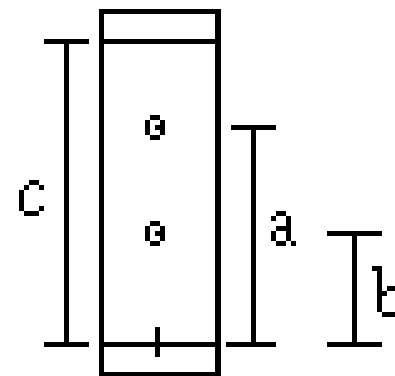


↓
用 uv 燈顯色 (立刻以鉛筆輕描下點的形狀)

↓
計算 Rf (Retardation factor) 值

$$Rf(A) = a/c$$

$$Rf(B) = b/c$$



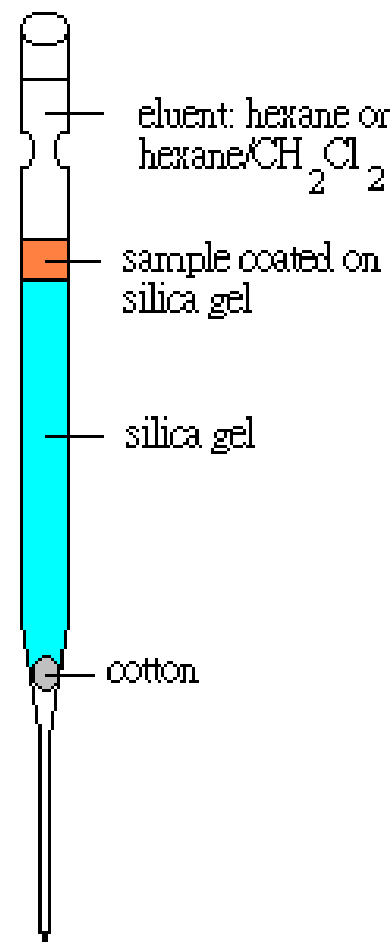
每組取一根塞好棉花的管柱



乾填加入5cm(±0.5cm)的矽膠，
拍彈至緊密



從頂端加入0.6cm(±0.1cm)
附著混和物的矽膠



用乾滴管慢慢從管柱頂端滴加5mL正己烷沖堤

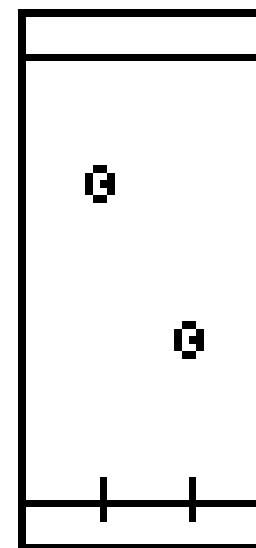
↓
以50mL錐形瓶收集橘色溶液 → A瓶

↓
換 3mL CH_2Cl_2 當沖堤液, 換收集瓶

↓
收集透明沖堤液 → B瓶

↓
點TLC片, B點無色, 點完要照UV燈, 確定濃度夠

↓
展開 (展開液 : hexane/ CH_2Cl_2 = 2mL/0.5mL)



- 1.此實驗所有器材不可有水，否則會影響分離效果，器材包括：展開槽、量筒、滴管、管柱、收集瓶。
- 2.管柱開始沖堤後，沖堤液不可低於矽膠，空氣若進入矽膠內，會影響分離效果。
- 3.第一片TLC點一點混合液，第二片TLC點分離後的溶液點(A,B)兩點。
- 4.毛細管不必燒，也不必裁切，但最後要回收。

1. 拍完照，量完距離，繳交兩片TLC片&分離出之兩罐(A,B)純化合物溶液。
2. 管柱&毛細管一起回收，不可沖水。
3. 將TLC片描繪於結報上，要計算Rf值。
4. 實驗問題：1，3，5





Thank you !

<http://orglab.thu.edu.tw>

