

警示： 这些材料所叙述的实验可能是危险的，因此需要高标准的安全训练、特殊的设备和装置，并在合适的人员监管下才能进行。对于履行这样的安全程序和措施，你负有全部的责任和义务，并独自承担其风险。对于所提供的任何材料的内容或其执行情况，MIT 将不负任何责任和义务，不承担任何风险。[法律提示](#)

7.3. 薄层色谱（TLC）的使用指南

综述：

薄层色谱（TLC）是一种非常实用的跟踪反应的手段，还可以用于柱色谱分离中合适溶剂的选择。薄层色谱常用的固定相有氧化铝或硅胶，它们是极性很大（标准）或者是非极性的（反相）。流动相则是一种极性待选的溶剂。在 5.301 中以及大多数实验室实验中，都将使用标准硅胶板。将溶液中的反应混合物点在薄板上，然后利用毛细作用使溶剂（或混合溶剂）沿板向上移动进行展开。根据混合物中组分的极性，不同化合物将会在薄板上移动不同的距离。极性强的化合物会“粘”在极性的硅胶上，在薄板上移动的距离比较短。而非极性的物质将会在流动的溶剂相中保留较长的时间从而在板上移动较大的距离。化合物移动的距离大小用 R_f 值来表达。这是一个位于 0~1 之间的数值，它的定义为：化合物距离基线（最先点样时已经确定）的距离除以溶剂的前锋距离基线的距离。

参考资料：

参考 LLP145-152 页，那里有比较全面的讨论。

薄层色谱（TLC）实验步骤：

1) 切割薄板。通常，买来的硅胶板都是方形的玻璃板，必需用钻石头玻璃刀按照模板的形状进行切割。在切割玻璃之前，用尺子和铅笔在薄板的硅胶面上轻轻地标出基线的位置（注意不要损坏硅胶面）。借助锋利的玻璃切割刀和一把引导尺，你便可方便地进行玻璃切割。当整块玻璃被切割后，你就可以进一步将其分成若干独立的小块了。（开始的时候，也许你会感到有一些难度，但经过一些训练以后，你便会熟练地掌握该项技术。）

2) 选取合适的溶剂体系。化合物在薄板上移动距离的多少取决于所选取的溶剂不同。在戊烷和己烷等非极性溶剂中，大多数极性物质不会移动，但是非极性化合物会在薄板上移动一定距离。相反，极性溶剂通常会将非极性的化合物推到溶剂的前段而将极性化合物推离基线。一个好的溶剂体系应该使混合物中所有的化合物都离开基线，但并不使所有化合物都到达溶剂前端， R_f 值最好在 0.15~0.85 之间。虽然这个条件不一定都能满足，但这应该作为薄层色谱分析的目标（在柱色谱中，合适的溶剂应该满足 R_f 在 0.2~0.3 之间）。那么，应该选取哪些溶剂呢？一些标准溶剂和他们的相对极性（从 LLP 中摘录）列于如下：

强极性溶剂：

甲醇〉乙醇〉异丙醇

中等极性溶剂：

乙醚〉乙酸乙酯〉氯仿〉二氯甲烷〉乙醚〉甲苯

非极性溶剂：

环己烷，石油醚，己烷，戊烷

常用混合溶剂：

乙酸乙酯/己烷：常用浓度 0~30%。但有时较难在旋转蒸发仪上完全除去溶剂。

乙醚/戊烷体系：浓度为 0~40%的比较常用。在旋转蒸发器上非常容易除去。

乙醇/己烷或戊烷：对强极性化合物 5~30%比较合适。

二氯甲烷/己烷或戊烷：5~30%，当其他混合溶剂失败时可以考虑使用。

- 3) 将 1~2mL 选定的溶剂体系倒入展开池中，在展开池中放置一大块滤纸。
- 4) 将化合物在标记过的基线处进行点样。我们用的点样器是买来的，此外，点样器也可从加热过的 Pasteur 吸管上拔下（你可以参照 UROP）。在跟踪反应进行时，一定要点上起始反应物、反应混合物以及两者的混合物。
- 5) 展开：让溶剂向上展开约 90%的薄板长度。
- 6) 从展开池中取出薄板并且马上用铅笔标注出溶剂到达的前沿位置。根据这个计算 R_f 的数值。
- 7) 让薄板上的溶剂挥发掉。
- 8) 用非破坏性技术观察薄板。最好的非破坏性方法就是用紫外灯进行观察。将薄板放在紫外灯下，用铅笔标出所有有紫外活性的点。尽管在 5.301 中不用这种方法，我们将采用另一常用的无损方法——用碘染色法。（你可以参看 UROP）。

9) 用破坏性方式观测薄板。当化合物没有紫外活性时，只能采用这种方法。在 5.301 中，提供了很多非常有用的染色剂。使用染色剂时，将干燥的薄板用镊子夹起并放入染色剂中，确保从基线到溶剂前沿都被浸没。用纸巾擦干薄板的背面。将薄板放在加热板上观察斑点的变化。在斑点变得可见而且背景颜色未能遮盖住斑点之前，将薄板从加热板上取下。

10) 根据初始薄层色谱结果修改溶剂体系的选择。如果想让 R_f 变得更大一些，可使溶剂体系极性更强些；如果想让 R_f 变小，就应该使溶剂体系的极性减小些。如果在薄板上点样变成了条纹状而不是一个圆圈状，那么你的样品浓度可能太高了。稀释样品后再进行一次薄板层析，如果还是不能奏效，就应该考虑换一种溶剂体系。

11) 做好 TLC 标记，计算每个斑点的 R_f 值，并且在笔记本中画出图样。