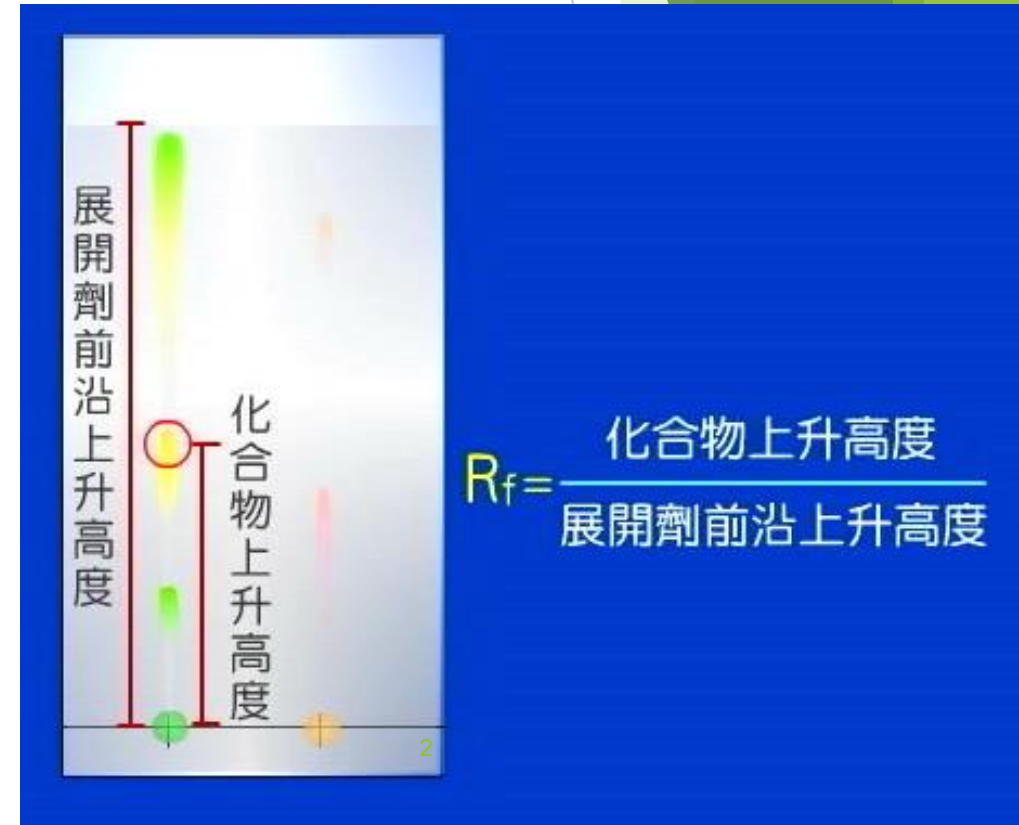


E5 層析法

實驗目的及原理

- ▶ 實驗目的：
 - ▶ 利用**管柱層析**及**薄層層析**來分離、辨別混合物。
- ▶ 實驗原理：
 - ▶ 不同化合物在**靜相**、**動相**(eluent)之間分布不同來分離混合物
 - ▶ 薄層層析(Thin Layer Chromatography)
 - ▶ 管柱層析(Column Chromatography)
 - ▶ R_f : Retention factor



實驗步驟

管柱層析

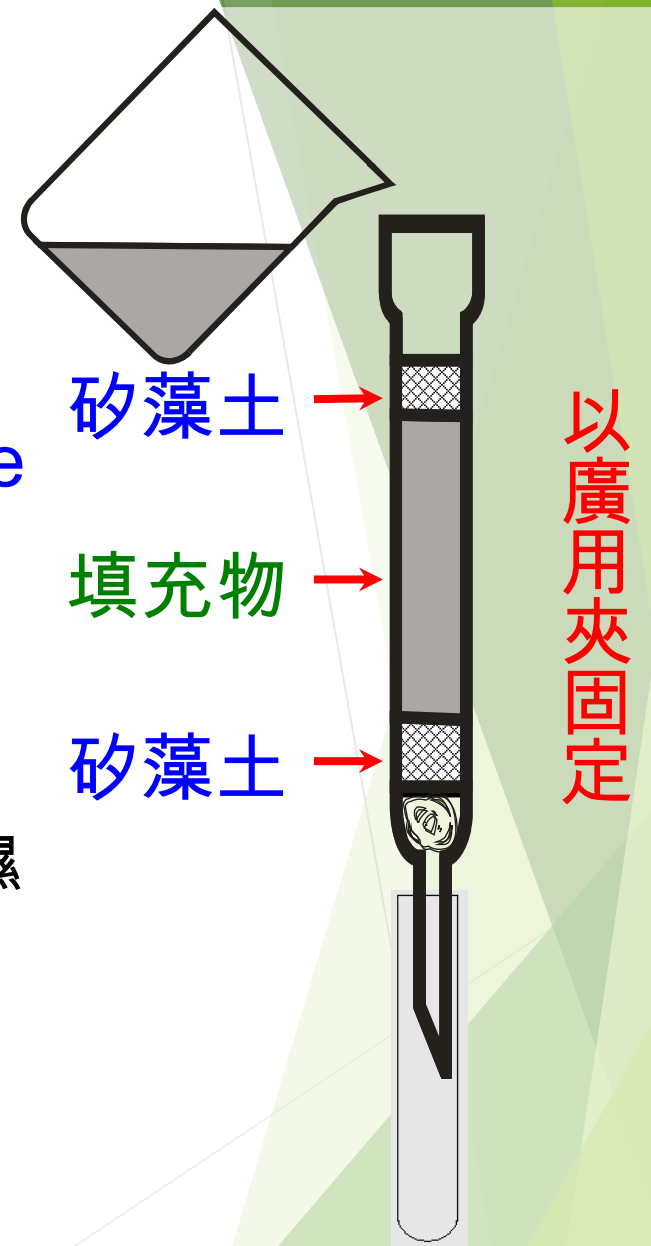
1. 製備填充物(靜相)

- 5 g Aluminium Oxide (Al_2O_3) + 10 mL Acetone
於150 mL燒杯混合均勻，攪拌直至不含氣泡。

2. 填充(packing)

- 放置少許棉花。
- 加入約 0.2 g (0.5 cm) Celite 並用少許丙酮潤濕
- 將填充物快速準確地倒入管柱中。
- 輕敲管壁使填充物密實、表面平整。
- 加 0.1 g (0.2 cm) Celite 並輕敲使其平整。

在管柱中，沖提液液面不得低過靜相表面

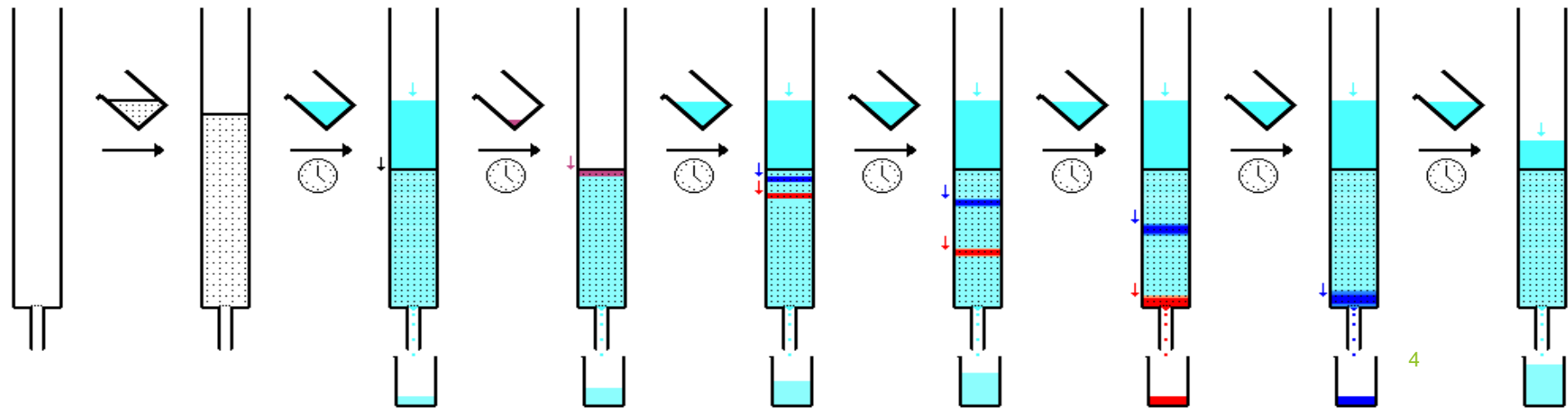


實驗步驟

管柱層析

3. 當沖提液降至表面後、加入5滴混合染料。
4. 等染料沒入礬土(Celite)後，以滴管沿管壁加入少量丙酮，避免破壞平面，收集到蘇丹紅後，改用95%乙醇做為沖提液，並收集亞甲藍。
5. 待收集結束，使用抽氣裝置將沖提液全部吸出，抽氣乾燥靜相達15 mins以上，再將靜相倒入固體回收物

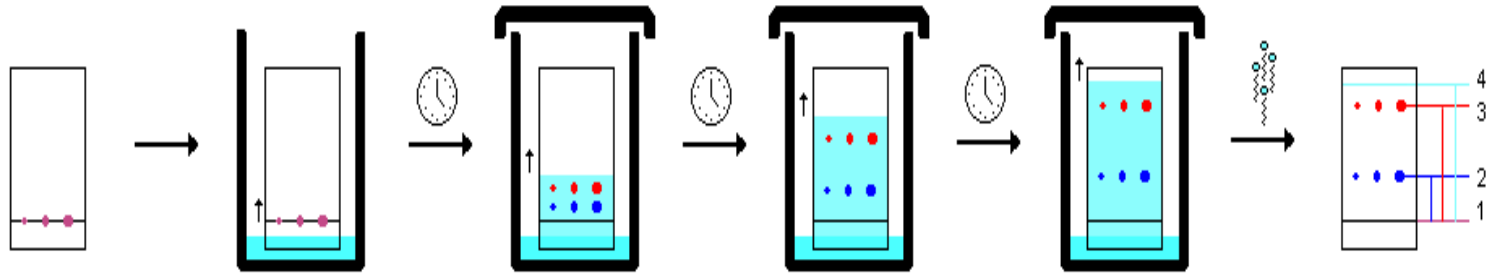
*****沖提液不可低於填充物表面*****



實驗步驟

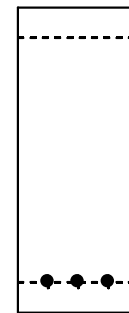
薄層層析

Eluent:
95% ethanol



1. 放置一張剪裁後55 mm濾紙於30 mL小燒杯杯壁中，注入0.5 cm高展開劑(不可過高)，以鋁箔或表玻璃蓋住杯口。過程中勿搖晃燒杯。
2. 點片：以鉛筆在TLC片上輕輕畫起始線(約離底部1 cm)。用毛細管取樣點在起始線上(平分四段、直徑1.0 ~ 1.5 mm)。毛細管不可混著使用。
3. 跑片：確定濾紙已潤濕，將點好試樣的TLC片放入燒杯中靜置。在展開液前緣到達頂端前取出。
4. 紀錄展開液高度和各點的 R_f 值。

$$R_f = (2-1)/(4-1)$$
$$R_f = (3-1)/(4-1)$$



注意事項

- ▶ 靜相、樣品一次填充，可用沖提液洗下殘餘的礬土。
- ▶ 流管柱時**不可讓沖提液液面低於填充物**以免影響分離效果。
- ▶ 以鉛筆在層析片**輕畫**記起始線與展開終點，勿刮損TLC片。
- ▶ **以鑷子取用TLC片**，勿用手。
- ▶ 起始線至少必須**高於展開液液面0.5 cm**。
- ▶ 使用毛細管點樣，樣品點直徑1.0 ~ 1.5 mm。薄層層析的三種藥品有**專用毛細管**，勿混用。
- ▶ 點片時均分起始線，左右兩點不可太靠近邊界。
- ▶ TLC片展開時兩邊不可碰觸到器壁。過程中不可搖晃燒杯。
- ▶ 填充物**乾燥**後丟hood裡的固體廢棄物。
- ▶ **毛細管、TLC片**丟在垃圾桶上的回收筒裡。沖提液倒有機不含鹵廢液。

實驗數據

- ▶ 蘇丹紅試管 & 亞甲藍試管。
- ▶ 展開後的TLC片。
- ▶ 展開液之終點和各染料點與原點之間的距離。

數據分析

- ▶ 管柱層析。
- ▶ 薄膜層析 & 計算 R_f 值。

結果討論

- ▶ 觀察現象討論。

誤差討論

- ▶ R_f 文獻值。
- 填充物：hood固體廢棄物
- 沖提液、染料：有機不含鹵
- TLC片：TLC片回收鐵罐

實驗觀察

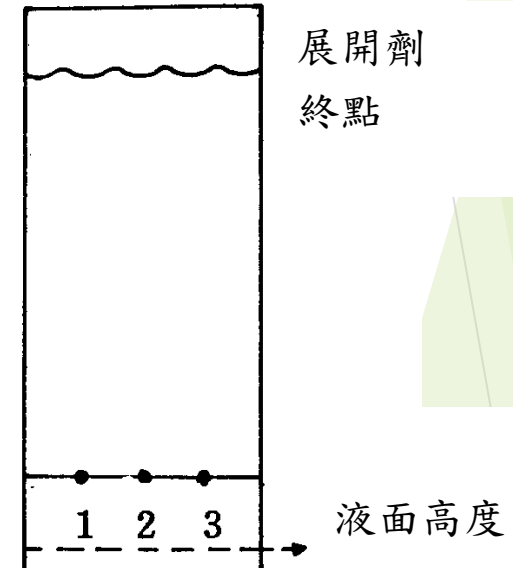
(一) 管柱層析：

畫出本實驗中色素分離的情形，並標明顏色。(若分離的效果不佳，於討論部份，討論可能影響實驗的因素)。

(二) 薄層層析：

展開劑：

混合物	混合物成分	R _f	
		文獻值	實驗值
1	萘黃	0.85	
	玫瑰紅 B	0.40	
	孔雀綠	0.13	
2	橙 II	0.81	
	亞甲藍	0.05	
	蘇丹紅	0.80	
3	結晶紫	0.18	
	玫瑰紅 B	0.40	
	甲基橙	0.73	



畫出展開後的層析圖
標示各色點的成分