

综合辅导药分：色谱法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议
阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/17/2021_2022__E7_BB_BC_E5_90_88_E8_BE_85_E5_c23_17044.htm 第七章 色谱法第一节 概述

色谱法：是一种物理或物理化学分离方法。用于定性鉴别、纯度检查、含量测定。分配系数：组分在固定相和流动相之间的分配平衡时的浓度之比。 K =容量因子：又称质量分配系数，即达到分配平衡后，组分在固定相和流动相中的质量之比。 第二节 薄层分析法一般指吸附薄层色谱法，固定相为吸附剂的薄层吸附法。 K 值越大随展开剂移动的速度越慢。 比移：在薄层色谱法中，组分的迁移距离()与展开剂的迁移距离()之比称为比移值()。 R_f 最佳范围是0.3-0.5，可用范围是0.2-0.8。 吸附剂：吸附薄层色谱法的固定相。常用吸附剂有：硅胶、氧化铝、硅藻土、纤维素和聚酰胺。 硅胶：在105-110 C加热30分，使硅胶吸附力增加，称为活化。具微酸性，适分离酸性中性物质。 氧化铝：碱性、中性、酸性。中性用得最多。 制备薄层板：要求吸附剂涂布均匀表面光滑，使用前检查均匀度。2000版用机械涂布法。 活化。 吸附剂与展开剂的选择：分离极性较强的组分时，宜选用活性低(活度级别高)的薄层板，以极性强的展开剂展开。 反之点样：体积宜在20ul 以下，样径不超过2-3mm，点间距离为1.5-2.0cm，距底2.0cm。 显色方法：直接喷雾法、浸渍法、压板法。 定性分析方法、纯度检查、定量分析方法(洗脱测定法和直接测定法)。 第三节 气相色谱法 气相色谱法：以气体为流动相的色谱法称为气相色谱法。不适用于难挥发和热稳定性差的物质分析。 原理：各组分在固定相与载气(流动相)间分配系数不

等，按大小依次被载气带出色谱柱，小先流出。

一、基本原理：

(一)、基本概念：一个组分的色谱峰用三项参数：峰高或峰面积(用于定量)、峰位(用保留值表示，用于定性)、峰宽(用于衡量柱效)。

(1)、保留时间 (t_R)：从进样开始到某个组分的色谱峰顶点的时间间隔。

(2)、死时间 (t_0)：分配系数为零的组分的保留时间。

(3)、相对保留值 (r)：两组分的调整保留值之比。

(4)、半峰宽 ($W_{h/2}$)：峰高一半处的峰宽。

(二)、塔板理论：塔板理论方程式(高斯方程式)：理论塔板式数：理论塔板高度：

(三)、速率理论： $H=A B/u C_u$ 影响塔板高度的因素：1、涡流扩散 2、纵向扩散 3、传质阻抗

二、气相色谱仪：

(1)、色谱柱：固定相与柱管组成。填充柱、毛细管柱；分配柱、吸附柱

(2)、固定液：高沸点的液体，操作下为液态。甲基硅油、聚乙二醇等选择原则：按相似性、按主要差别、按麦氏差别选择。

(3)、载体：化学惰性的多孔性微粒

(4)、毛细管色谱柱：开管型、填充型

(5)、检测器：1、浓度型检测器：热导检测器和电子捕获检测器 2、质量型检测器：氢焰离子化检测器

中国药典2000对气相色谱规定：除检测器种类、固定液品种及特殊指定的色谱柱材料不得任意更改外，其他均可适当改变，色谱图于30min内记录完毕。

第四节 高效液相色谱法

1、基本原理：影响柱效的主要因素是涡流扩散和传质阻抗。

分类：1、液固吸附色谱法：流动相为液体，固定相是固体吸附剂。

2、液--液分配色谱法：固定相几乎是化学键合硅胶，又称化学键合相色谱法。按固定相和流动相的极性2又分：正相色谱法和反相色谱法

正相色谱法：流动相极性小于固定相极性的色谱法。用于分离溶于有机溶剂的极性及中等极性的分子型物质，用于含有不同官能团物质

的分离。 极性弱组分先流出反相色谱法：.....大于...
..... 用于分离非极性至中等极性的分子型化合物
2、 高效液相色谱仪：1、 高压输液泵 2、 色谱柱 3、 进样阀
4、 检测器：紫外吸收检测器、 荧光检测器、 差示折光检测器
、 电化学检测 中国药典2000对高效液相色谱法规定：除固定
相种类、 流动相组分、 检测器类型不得任意更改外， 其余均
可适当改变， 色谱图于20min内记录完毕。 第5节 色谱系统适
用性试验和定量分析方法一、 系统适用性试验1、 色谱柱的
理论板数：2、 分离度：应大于1.5 3、 重复性3、 拖尾因子
：0.95-1.05之间二、 定量测定法：1、 内标法加校正因子测定
供试品中某个杂质或主成分含量2、 外标法测定供试品中某个
杂质或主成分含量3、 加校正因子的主成分自身对照法不加校
正因子的主成分自身对照法第六节 电泳法电泳法：在电场的
作用下， 依据各组分之间淌度的不同实现分离的方法。 分离
程度取决于淌度之差。 一、 基本原理： 电泳迁移速度为：电
泳淌度：电场强度 影响电泳分离的条件：1、 缓冲液的PH值
和离子强度 2、 电场强度 3、 样品浓度二、 电泳仪：3、 各类
电泳法：(1)、 纸电泳法 (2)、 醋酸纤维素电泳法：主要用于测
定蛋白质相对百分含量(3)、 琼脂糖凝胶电泳法：(4)、 聚丙烯
酰胺凝胶电泳法(5)、 SDS聚丙烯酰胺凝胶电泳法：测定蛋白质
的分子量四、 毛细管电泳法简介：以弹性石英毛细管为分离
通道， 高压直流电场为驱动力， 依据样品中各组分之间的淌
度和分配行为上的差异而实现分离的分析方法。 100Test 下载
频道开通， 各类考试题目直接下载。 详细请访问

www.100test.com