

药物分析之西药分析薄层色谱法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/18/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_18281.htm

薄层色谱法，系将适宜的吸附剂或载体涂布于玻璃板、塑料或铝基片上，成一均匀薄层。待点样、展开后，与适宜的对照物按同法在同板上所得的色谱图对比，并可用薄层扫描仪进行扫描，用以进行药品的鉴别，杂质检查或含量测定的方法。

1. 仪器与材料

(1) 玻璃板 除另有规定外，用10cm × 10cm，10cm × 15cm，20cm × 10cm或20cm × 20cm的规格，要求光滑、平整，洗净后不附水珠，晾干。

(2) 吸附剂或载体 最常用的有硅胶G、硅胶GF、硅胶H、硅胶HF，其次有硅藻土、硅藻土G、氧化铝、氧化铝G、微晶纤维素、微晶纤维素F等。其颗粒大小一般要求直径为10 ~ 40 μm。薄层涂布，除另有规定外，一般可分无粘合剂和含粘合剂两种；前者系将吸附剂或载体直接涂布于玻璃板上，后者系在吸附剂或载体中加入一定量的粘合剂，一般常用10% ~ 15%煨石膏(CaSO₄·2H₂O在140℃烘4小时)，混匀后加水适量使用，或用羧甲基纤维素钠水溶液(0.2% ~ 0.5%)适量调成糊状，均匀涂布于玻璃板上。也有含一定改性剂如荧光剂或缓冲液等的薄层。

(3) 涂布器 应能使吸附剂或载体在玻璃板上手工或自动涂成一层符合厚度要求的均匀薄层。

(4) 点样器 一般采用微升毛细管或与之相应的点样器材。

(5) 展开室 可用适合薄层板大小的专用玻璃缸，底部平底或有双槽，盖子须密闭。

2. 操作方法

(1) 薄层板制备 除另有规定外，将吸附剂1份和水3份在研钵中向一方向研磨混合，去除表面的气泡后，倒入涂布器中，在玻板上平稳地移动涂布器进行涂布

(厚度为 0.25 ~ 0.5mm),取下涂好薄层的玻板,于室温下,置水平台上晾干,在反射光及透射光下检视,表面应均匀,平整,无麻点、无气泡、无破损及污染,于 110 ℃ 烘30分钟,冷却后立即使用或置干燥箱中备用。或用商品预制板。(2) 点样 除另有规定外,用点样器点样于薄层板上,一般为圆点,点样基线距底边1.0 ~ 1.5cm,样点直径一般不大于3mm,点间距离可视斑点扩散情况以不影响检出为宜。点样时必须注意勿损伤薄层表面。(3) 展开 将点好样品的薄层板放入展开缸的展开剂中,浸入展开剂的深度为距原点5mm为宜,密封,待展开至规定距离,除另有规定外,一般为8 ~ 15cm,取出薄层板,晾干,按正文项下的规定检测。展开缸如需预先用展开剂预平衡,可在缸中加入适量的展开剂,必要时并在壁上贴二条与缸一样高、宽的滤纸条,一端浸入展开剂中,盖严,使展开缸平衡或按正文规定操作。(4) 如需用薄层扫描仪对色谱进行扫描供鉴别、检查或定量,则可用薄层扫描法。3.薄层扫描法 系指用一定波长的光照射在薄层板上,对薄层色谱有吸收紫外光或可见光的斑点,或经激发后能发射出荧光的斑点进行扫描,将扫描得到的图谱及积分数据用于药品的鉴别,杂质检查或含量测定。除另有规定外,薄层扫描方法可根据各种薄层扫描仪的结构特点及使用说明,结合具体情况,选择反射方式,采用吸收法,或荧光法,用双波长或单波长扫描。测定方法有内标法及外标法,由于影响薄层扫描结果的因素很多,故薄层扫描定量测定应在保证供试品斑点的量在校正曲线的线性范围内的情况下,与对照品同板点样,展开,扫描,测量和计算。用外标法测定时,若对照品各数据点在校正曲线上呈一通过原点的直线时,可用一点法校正

，如不通过原点通常宜采用二点法校正，必要时用多点法校正。含量测定时，供试品溶液和对照品溶液应交叉点于同一薄层板上，供试品点样不得少于4个，对照品每一浓度不得少于2个，薄层扫描定量用的对照品纯度应符合含量测定用对照品的要求。 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