

药物分析笔记：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_ti2020/19/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_19088.htm

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。
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。
来源：考试大
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)。
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。来源：考试大一、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来源：考试大(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。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