

TLC显色试剂及配方大全

显色试剂

显色剂可以分成两大类：一类是检查一般有机化合物的通用显色剂；另一类是根据化合物分类或特殊官能团设计的专属性显色剂。显色剂种类繁多，本章只能列举一些常用的显色剂。

1. 通用显色剂

①硫酸常用的有四种溶液：硫酸-水(1: 1)溶液；硫酸-甲醇或乙醇(1: 1)溶液；1.5mol / L硫酸溶液与0.5-1.5mol / L硫酸铵溶液，喷后110oC烤15min，不同有机化合物显不同颜色。

②0.5%碘的氯仿溶液 对很多化合物显黄棕色。

③中性0.05%高锰酸钾溶液 易还原性化合物在淡红背景上显黄色。

④碱性高锰酸钾试剂 还原性化合物在淡红色背景上显黄色。

溶液I：1%高锰酸钾溶液；溶液II：5%碳酸钠溶液；溶液I和溶液II等量混合应用。

⑤酸性高锰酸钾试剂 喷1.6%高锰酸钾浓硫酸溶液(溶解时注意防止爆炸)，喷后薄层于180oC加热15~20min。

⑥酸性重铬酸钾试剂 喷5%重铬酸钾浓硫酸溶液，必要时150oC烤薄层。

⑦5%磷钼酸乙醇溶液 喷后120oC烘烤，还原性化合物显蓝色，再用氨气薰，则背景变为无色。

⑧铁氰化钾-三氯化铁试剂 还原性物质显蓝色，再喷2mol / L盐酸溶液，则蓝色加深。

溶液I：1%铁氰化钾溶液；溶液II：2%三氯化铁溶液；临用前将溶液I和溶液II等量混合。

2. 专属性显色剂

由于化合物种类繁多，因此专属性显色剂也是很多的，现在在各类化合物中最常用的显色剂列举如下：

(1) 烃类

①硝酸银 / 过氧化氢

检出物：卤代烃类。

溶液：硝酸银0.1g溶于水1ml，加2-苯氧基乙醇100ml，用丙酮稀释至200ml，再加30%过氧化氢1滴。

方法：喷后置未过滤的紫外光下照射；

结果：斑点呈暗黑色。

②荧光素 / 溴

检出物：不饱和烃。

溶液：I. 荧光素0.1g溶于乙醇100ml；II. 5%溴的四氯化碳溶液。

方法：先喷(I)，然后置含溴蒸气容器内，荧光素转变为四溴荧光素(曙红)，荧光消失，不饱和烃斑点由于溴的加成，阻止生成曙红而保留荧光，多数不饱和烃在粉红色背景上呈黄色。

③四氯邻苯二甲酸酐

检出物：芳香烃。

溶液：2%四氯邻苯二甲酸酐的丙酮与氯代苯(10: 1)的溶液。

方法：喷后置紫外光下观察。

④甲醛 / 硫酸

检出物：多环芳烃。

溶液：37%甲醛溶液0.2ml溶于浓硫酸10ml。

(2) 醇类

①3, 5-二硝基苯酰氯

检出物: 醇类。

溶液: I. 2%本品甲苯溶液; II. 0.5%氢氧化钠溶液; III. 0.002%罗丹明溶液。

方法: 先喷(I), 在空气中干燥过夜, 用蒸气薰2min, 将纸或薄层通过试液(II)30s, 喷水洗, 趁湿通过(III)15s, 空气干燥, 紫外灯下观察。

②硝酸钾铵

检出物: 醇类。

溶液: I. 1%硝酸钾铵的0.2mol/L硝酸溶液; II. N,N-二甲基-对苯二胺盐酸盐1.5g溶于甲醇、水与乙酸(128ml+25ml+1.5ml)混合液中, 用前将(I)与(II)等量混合。喷板后于105°C加热5min。

③香草醛 / 硫酸

检出物: 高级醇、酚、甾类及精油。

溶液: 香草醛1g溶于硫酸100ml。

方法: 喷后于120°C加热至呈色最深。

④二苯基苦基偕肼

检出物: 醇类、萜烯、羰基、酯与醚类。

溶液: 本品15mg溶于氯仿25ml中。

方法: 喷后于110°C加热5~10min。

结果: 紫色背景呈黄色斑点。

(3)醛酮类

①品红 / 亚硫酸

检出物: 醛基化合物。

溶液: I. 0.01%品红溶液, 通入二氧化硫直至无色; II. 0.05mol/L氯化汞溶液;

III. 0.05mol/L硫酸溶液。

方法: 将I、II、III以1:1:10混合, 用水稀释至100ml。

②邻联茴香胺

检出物: 醛类、酮类。

溶液: 本品乙酸饱和溶液。

③2, 4-二硝基苯肼

检出物: 醛基、酮基及酮糖。

溶液: I. 0.4%本品的2mol/L盐酸溶液; II. 本品0.1g溶于乙醇100ml中, 加浓盐酸1ml。

方法: 喷溶液I或II后, 立即喷铁氰化钾的2mol/L盐酸溶液。

结果: 饱和酮立即呈蓝色; 饱和醛反应慢, 呈橄榄绿色; 不饱和羰基化合物不显色。

④绕丹宁

检出物: 类胡萝卜素醛类。

溶液: I. 1%~5%绕丹宁乙醇溶液; II. 25%氢氧化铵或27%氢氧化钠溶液。

方法: 先喷溶液I, 再喷溶液II, 干燥。

(4)有机酸类

①溴甲酚绿

检出物: 有机酸类。

溶液: 溴甲酚绿0.1g溶于乙醇500ml和0.1mol/L氢氧化钠溶液5ml。

方法: 浸板。

结果: 蓝色背景产生黄色斑点。

②高锰酸钾 / 硫酸

检出物: 脂肪酸衍生物。

溶液: 见通用显色剂酸性高锰酸钾。

③过氧化氢

检出物: 芳香酸。

溶液: 0.3%过氧化氢溶液。

方法: 喷后置紫外光(365nm)下观察。

结果: 呈强蓝色荧光。

④2, 6-二氯苯酚-靛酚钠

检出物: 有机酸与酮酸。

溶液: 0.1%本品的乙醇溶液。

方法: 喷后微温。

结果: 蓝色背景呈红色。

(5)酚类

①Emerson 试剂(4-氨基安替比林 / 铁氰化钾(III))

检出物: 酚类、芳香胺类及挥发油。

溶液: I. 4-氨基安替比林1g溶于乙醇100ml; II. 铁氰化钾(III)4g溶于水50ml, 用乙醇稀释至100ml。

方法: 先喷溶液I, 在热空气中干燥5min, 再喷溶液II, 再于热空气中干燥5min, 然后将板置含有氨蒸气(25%氨溶液)的密闭容器中。

结果: 斑点呈橙-淡红色。挥发油在亮黄色背景下呈红色斑点。

②Boute 反应

检出物: 酚类、氯、溴、烷基代酚。

方法: 将薄层置有NO₂蒸气(含浓硝酸)的容器中3~10min, 再用NH₃蒸气(浓氨液)处理。

③氯醌(四氯代对苯醌)

检出物: 酚类。

溶液: 1%本品的甲苯溶液。

④DDQ(二氯二氧基苯醌)试剂

检出物: 酚类。

溶液: 2%本品的甲苯溶液。

⑤TCNE (四氰基乙烯)试剂

检出物: 酚类、芳香碳氢化物、杂环类、芳香胺类。

溶液: 0.5%~1%本品的甲苯溶液。

⑥Gibb's(2, 6-二溴苯醌氯亚胺)试剂

检出物: 酚类。

溶液: 2%本品的甲醇溶液。

⑦氯化铁

检出物: 酚类、羟酰胺酸。

溶液: 1%~5%氯化铁的0.5mol / L盐酸溶液。

结果: 酚类呈蓝色、羟酰胺酸呈红色。

(6)含氮化合物

①FCNP(硝普钠 / 铁氰化物)试剂

检出物: 脂 肪族含氮化物, 如氨基氰、胍、脲与硫脲及其衍生物, 肌酸及肌酐。

溶液: 10%氢氧化钠溶液、10%硝普钠溶液、10%铁氰化钾溶液与水按1: 1: 1: 3混合, 在室温至少放置20min, 冰箱保存数周, 用前将混合液与丙酮等体积混合。

②Dragendorff(碘化铋钾试剂)试剂

检出物: 芳香族含氮化合物, 如生物碱类、抗心律不齐药物。

溶液: I. 碱式硝酸铋0.85g溶于10ml冰醋酸及40ml水中; II. 碘化钾8g溶于水20ml中。

将上述溶液I及II等量混合, 置棕色瓶中作为储备液, 用前取储备液1ml、冰醋酸2ml与水10ml混合。

结果: 呈橘红色斑点。

③4-甲基伞形酮

检出物: 含氮杂环化合物。

溶液: 本品0.02g溶于乙醇35ml, 加水至100ml。

方法: 喷板后置25%氨水蒸气的容器中,取出后于紫外灯(365nm)下观察。

④碘铂酸钾

检出物: 生物碱类及有机含氮化物。

溶液: 10%六氯铂酸溶液3ml与水97ml混合, 加6%碘化钾溶液, 混匀。临用前配制。

⑤硫酸高铈铵 / 硫酸

检出物: 生物碱及含碘有机化物。

溶液: 硫酸铈1g混悬于4ml水中, 加三氯乙酸1g, 煮沸, 逐滴加入浓硫酸直至混浊消失。

方法: 喷后薄层于110oC加热数分钟。

结果: 阿朴吗啡、马钱子碱、秋水仙碱、罂粟碱、毒扁豆碱与有机碘化物均能检出。

⑥Ehrlich (对二甲氨基苯甲醛 / 盐酸)试剂

检出物: 吲哚衍生物及胺类。

溶液: 1%本品的浓盐酸溶液与甲醇按1: 1混合。

方法: 喷后板于50oC加热20min。

结果: 呈不同颜色的斑点。

(7)胺类

①硝酸 / 乙醇

检出物: 脂肪族胺类。

溶液: 50滴65%硝酸于乙醇100ml中。

方法: 需要时120oC加热。

②2, 6-二氯靛氯亚胺

检出物: 抗氧化剂、酰胺(辣椒素)、伯、仲脂肪胺、仲、叔芳香胺、芳香碳氢化物、药物、苯氧基乙酸除草剂等。

溶液: 新鲜制备的0.5%~2%本品乙醇溶液。

方法: 喷后薄层于110°C加热10min, 再用氨蒸气处理。

③茜素

检出物: 胺类。

溶液: 0.1%本品的乙醇溶液。

④丁二酮单肟 / 氯化镍

检出物: 胺类。

溶液: I. 丁二酮单肟1.2g溶于热水35ml中, 加氯化镍0.95g, 冷却后加浓氨水2ml;

II. 盐酸羟胺0.12g溶于200ml水中。

方法: 将溶液I及II混合, 放置1天, 过滤。

⑤Pauly (对氨基苯磺酸)试剂

检出物: 酚类、胺类和能偶合的杂环化合物。

溶液: 磺酸4.5g溶于温热的12mol/L盐酸45ml中, 用水稀释至500ml, 取10ml于冰中冷却, 加4.5%亚硝酸钠冷溶液10ml, 于0°C放置15min。用前加等体积10%碳酸钠溶液。

⑥硫氰酸钴(II)

检出物: 生物碱、伯、仲、叔胺类。

溶液: 硫氰酸铵3g与氯化钴1g溶于水20ml。

结果: 白色至粉红色背景上呈蓝色斑点, 2h后颜色消退。若将薄层喷水或放入饱和水蒸气容器内, 可重现色点。

⑦1, 2-萘醌-4-磺酸钠

检出物: 芳香胺类。

溶液: 本品0.5g溶于95ml水, 加乙酸5ml, 滤去不溶物即得。

方法: 喷后反应30min显色。

⑧葡萄糖 / 磷酸

检出物: 芳香胺类。

溶液: 葡萄糖2g溶于85%磷酸10ml与水40ml混合液中, 再加乙醇与正丁醇各30ml。

方法: 喷后于115°C加热10min。

(8)硝基及亚硝基化合物

① α -萘胺

检出物: 3, 5-二硝基苯甲酸酯、二硝基苯甲酰胺。

溶液: I. 0.5% α -萘胺乙醇溶液;

II. 10%氢氧化钾甲醇溶液。

方法: 先喷溶液I, 再喷溶液II。

结果: 呈红褐色斑点。

②二苯胺 / 氯化钡

检出物: 亚硝胺类。

溶液: 1.5%二苯胺乙醇溶液与0.1g氯化钡的0.2%氯化钠溶液100ml, 按5:1混合。

方法: 喷后置紫外光(254nm)下观察。

结果: 显紫色斑点。

(9)氨基酸及肽类

①茚三酮

检出物: 氨基酸、胺与氨基糖类。

溶液: 本品0.2g溶于乙醇100ml中。

方法: 喷后于110°C加热。

结果: 呈红紫色斑点。

②茚三酮 / 乙酸锶

检出物: 氨基酸及杂环胺类。

溶液: 茚三酮1g及乙酸锶2.5g溶于10ml冰醋酸中, 用乙醇稀释至500ml。

方法: 喷后于120°C加热20min。

③1, 2-萘醌-4-磺酸钠

检出物: 氨基酸。

溶液: 临用前将本品0.02g溶于5%碳酸钠100ml中。

方法: 喷后室温干燥。

结果: 不同氨基酸呈不同色点。

④靛红 / 乙酸锌

检出物: 氨基酸与某些肽类。

溶液: 靛红1g与乙酸锌1g溶于95%异丙醇100ml中, 加热至80°C, 冷却后加乙酸1ml, 冰箱保存。

方法: 喷后于80~85°C加热30min。

⑤茚三酮 / 冰醋酸

检出物: 二肽及三肽。

溶液: 1%茚三酮吡啶溶液与冰醋酸按5: 1混合。

方法: 喷后于100°C加热5min。

⑥香草醛

检出物: 氨基酸及胺类。

溶液: I. 本品1g溶于丙醇50ml中;

II. 1mol/L氢氧化钾溶液1ml, 用乙醇稀释至100ml。

方法: 先喷溶液I后于110°C干燥10min, 再喷溶液II, 于110°C再干燥10min, 于紫外光(365nm)下观察。

TLC显色试剂及配方大全(2)

(10)甾类

①香草醛 / 硫酸

检出物: 甾体激素。

溶液: 1%香草醛浓硫酸溶液。

方法: 喷后于105°C加热5min。

②氯化锰

检出物: 雌激素类。

溶液: 氯化锰0.2g溶于含硫酸2ml的甲醇60ml中。

方法: 喷后置紫外光(365nm)下观察。

③高氯酸

检出物: 甾体激素。

溶液: 5%高氯酸甲醇溶液。

方法: 喷后于110°C加热5min, 置紫外光(365nm)下观察。

④三氯化铋 / 乙酸

检出物: 甾类与二萜类。

溶液: 三氯化铋20g溶于乙酸20ml与氯仿60ml混合液中。

方法: 喷后于100°C加热5min, 紫外光长波下观察。

结果: 二萜类斑点呈红黄-蓝紫色。

⑤对甲苯磺酸

检出物: 甾族化合物、黄酮类与儿茶酸类。

溶液: 20%本品的氯仿溶液。

方法: 喷后于100°C加热数分钟, 紫外光长波下观察。

结果: 斑点呈荧光。

⑥氯磺酸 / 乙酸

检出物: 三萜、甾醇与甾族化合物。

溶液: 氯磺酸5ml在冷却下加乙酸10ml溶解。

方法: 喷后于130°C加热5~10min, 置紫外光长波下观察。

结果: 斑点显荧光。

(11)糖类

①茴香胺、邻苯二酸试剂

检出物: 碳氢化合物。

溶液: 1.23g茴香胺及1.66g邻苯二酸于100ml 95%乙醇中的溶液。

方法: 喷雾或浸渍。

结果: 己糖呈绿色、甲基戊糖呈黄绿色、戊糖呈紫色、糖醛酸呈棕色。

②四乙酸铅 / 2, 7-二氯荧光素

检出物: 甙类、酚类、糖酸类

溶液: I. 2%四乙酸铅的冰醋酸溶液; II. 1%2, 7-二氯荧光素乙醇溶液。

取溶液I、II 各5ml混匀, 用干燥的苯或甲苯稀释至200ml, 试剂溶液只能稳定2h。

方法: 浸板。

③邻氨基联苯 / 磷酸

检出物: 糖类。

溶液: 0.3g邻氨基联苯加85%磷酸5ml与乙醇95ml。

方法: 喷板后110°C加热15~20min。

结果: 斑点呈褐色。

④苯胺 / 二苯胺 / 磷酸

检出物: 还原糖。

溶液: 4g二苯胺、4ml苯胺与20ml 85%磷酸共溶于200ml丙酮中。

方法: 喷后于85°C加热10min。

结果: 产生各种颜色。1, 4-己醛糖、低聚糖呈蓝色。

⑤双甲酮 / 磷酸

检出物: 酮糖。

溶液: 双甲酮(5, 5-二甲基环己烷-1, 3-二酮)10.3g溶于90ml乙醇与10ml 85%磷酸中。

方法: 喷板后于110°C加热15~20min。

结果: 日光下观察, 白色背景上呈黄色斑点, 紫外光长波下呈蓝色荧光。

⑥联苯胺 / 三氯乙酸

检出物: 糖类。

溶液: 0.5g联苯胺溶于10ml乙酸, 再加10ml40%三氯乙酸水溶液, 用乙醇稀释至100ml。

方法: 喷后置紫外光下照射15min。

结果: 斑点呈灰棕-红褐色。

⑦对二甲氨基苯甲醛 / 乙酰丙酮

检出物: 氨基糖类。

溶液: I. 5ml 50%氢氧化钾溶液与20ml乙醇混匀, 取此溶液0.5ml, 加乙酰丙酮0.5ml与正丁醇50ml的混合液10ml, 此两种溶液均需新鲜配制, 临用前混合;

II. 1g对二甲氨基苯甲醛溶于30ml乙醇中, 再加30ml浓盐酸, 需要时此溶液可用正丁醇180ml稀释。

方法: 先喷I后于105°C加热5min, 再喷II, 然后于90°C干燥5min。

结果: 斑点呈红色。

(12)杀虫剂

①甲基黄

检出物: 氯化杀虫剂及抗菌化合物。

溶液: 0.1g甲基黄于70ml乙醇中, 加25ml水并用乙醇稀释至100ml。

方法: 喷板后于室温干燥, 并在无滤光片紫外光下照射5min。

结果: 黄色背景上呈红色斑点。

②溴 / 四氯化碳

检出物: 有机磷杀虫剂。

溶液: 10%溴的四氯化碳溶液。

方法: 薰溴蒸气。

③锰 / 水杨醛

检出物: 有机硫代磷杀虫剂。

溶液: I. 100mg氯化锰溶于100ml 80%乙醇;

II. 溶解1.3g 2-胍啉于少量热乙醇中, 溶1g水杨醛于5ml乙醇并加1~2滴冰醋酸, 合并两溶液并回流30min, 冷却后析出水杨-2-醛-2-胍啉沉淀, 并用乙醇重结晶。用50mg此衍生物溶于100ml乙醇中。

方法: 等量溶液I及II混合后, 喷板。

④二苯胺 / 氯化锌

检出物: 氯化杀虫剂(DDT、CPCA、氯-DDT、克菌丹、甲氧氯、毒杀芬)。

溶液: 二苯胺及氯化锌各0.5g溶于100ml丙酮中。

方法: 喷后200°C加热5min。

⑤溴 / 荧光素 / 硝酸银

检出物: 杀虫剂。

溶液: I. 5%溴的四氯化碳溶液;

II. 1ml 0.25%荧光素的二甲基甲酰胺溶液, 用乙醇稀释至50ml;

III. 1.7g硝酸银溶于5ml水中, 加2-苯氧基乙醇, 用丙酮稀释至200ml。

方法: 展开后的薄层置试液I容器中熏30s, 取出先喷溶液II, 再喷溶液III, 再置紫外光下7min。

(13) 黄酮类

① 乙醇胺二苯硼酸盐

检出物: 黄酮类。

溶液: I. 1%乙醇胺二苯硼酸盐的甲醇溶液; II. 5%聚乙二醇的乙醇溶液。

方法: 先喷溶液I, 再喷溶液II使荧光稳定, 再在紫外光长波下照射2min。

结果: 紫外灯下观察荧光。

② 三氯化铋

检出物: 黄酮类。

溶液: 10%三氯化铋的氯仿溶液。

方法: 喷板。

结果: 紫外光长波下呈荧光。

③ 三氯化铝

检出物: 黄酮类。

溶液: 1%三氯化铝乙醇溶液。

方法: 喷板。

结果: 紫外光长波下显黄色荧光。

④ Benedict(硫酸铜 / 枸橼酸钠) 试剂

检出物: 含邻二羟基的黄酮类及香豆精类。

溶液: 1.73g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$): 17.3g 枸橼酸钠及10g 无水碳酸钠溶于水并稀释至100ml。

方法: 喷板。

结果: 紫外光长波下观察, 含邻二羟基的化合物, 斑点荧光减弱或猝灭。

(14) 含硫化合物

① 硝普钠

检出物: 巯基-SH基(半胱氨酸)、双硫化物、-s-s-基(胱氨酸)及精氨酸。

溶液: I. 1.5g 硝普钠溶于5ml 2mol/L盐酸溶液及95ml甲醇中, 加10ml 25%氢氧化铵溶液, 过滤, 即得; II. 2g氰化钠溶于5ml水, 用甲醇稀释至100ml。

方法: 先喷溶液I、再喷溶液II。

结果: 巯基化合物呈红色; 精氨酸由橙变为灰蓝色; 双硫化物在黄色背景上显红色。

② FCNP(硝普钠 / 铁氰化物) 试剂

检出物: 脂肪族含硫化合物, 如氨基氰、硫脲及其衍生物。

溶液: 10%氢氧化钠溶液、10%硝普钠溶液, 10%铁氰化钾溶液与水按1: 1: 1: 3混合, 用前与等体积丙酮混合, 用时新鲜配制。

③ 氯化铁 / 磺基水杨酸

检出物: 硫代磷酸酯类。

溶液: I. 1%氯化铁的80%乙醇溶液; II. 1%磺基水杨酸的80%乙醇溶液,

方法: 薄层先置溴蒸气中10min后, 喷溶液I, 干燥15min, 再喷溶液II。

结果: 紫色背景上呈白色。

④ 叠氮化碘

检出物: 含硫氨基酸、硫化物与青霉素。

溶液: 叠氮碘溶液-叠氮钠3g 溶于100ml 0.05mol / L碘溶液中(新鲜配制, 固体叠氮碘有爆炸性)。

⑤靛红 / 硫酸

检出物: 噻吩衍生物。

溶液: 0.4g靛红溶于100ml浓硫酸中。

方法: 喷板后120°C加热。

结果: 呈不同颜色。

(15)类脂化合物

①磷钼酸

检出物: 胆酸、类脂化物、脂肪酸及甾类。

溶液: 250mg 磷钼酸于50ml乙醇中。

方法: 喷后于120°C加热。

②罗丹明6G

检出物: 类脂化物。

溶液: 1g 罗丹明6G溶于100ml丙酮中。

方法: 喷后置紫外光长波下观察。

③溴百里酚蓝

检出物: 类脂化物。

溶液: 0.04g溴百里酚蓝溶于100ml 0.01mol / L氢氧化钠溶液中。

(16)阳离子

①双硫脲

检出物: 金属离子。

溶液: 20mg双硫脲溶于100ml丙酮中, 置棕色瓶中于冰箱内保存。

方法: 上述溶液喷板后再喷25%氢氧化铵溶液。

②红氨酸 (二硫代草酰胺)

检出物: 重金属离子。

溶液: 0.5%红氨酸乙醇溶液。

方法: 先喷上述溶液, 稍干后置薄层于氨蒸气中。。

③茜素

检出物: 众多阳离子、稀土及铀。

溶液: 茜素乙醇饱和溶液。

方法: 喷板后直接放入氨蒸气中。

④亚铁氰化钾

检出物: Fe³⁺、Cu²⁺、Cl⁻、Mo、V、W离子。

溶液: 新配制的2%亚铁氰化钾溶液。

⑤二苯卡巴肼

检出物: Ag⁺、Pb²⁺、Hg²⁺、Cu²⁺、Sn²⁺、Mn²⁺、Zn²⁺、Ni²⁺、Co²⁺及Ca²⁺离子。

溶液: I. 1%~2%二苯卡巴肼乙醇溶液; II. 25%氢氧化铵溶液。

方法: 先喷溶液I, 再喷溶液II。

结果: Ni^{2+} 呈蓝色、 Co^{2+} 呈橙褐色、 Zn^{2+} 呈红紫色、 Ag^+ 、 Pb^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Sn^{2+} 、 Mn^{2+} 呈褐色、乙酸汞加成物于80°C加热片刻, 斑点呈蓝色。

(17) 阴离子

① 硝酸银

检出物: 含硫阴离子、砷酸盐、亚砷酸盐、磷酸盐、亚磷酸盐及除氟外的卤素。

溶液: 0.1~0.5 mol / L 硝酸银溶液中加入氨水直至沉淀溶解。临用前配制、储存会形成易爆物质。

方法: 喷后于110~120°C加热10 min, 必要时置紫外光下10 min。

② 硝酸银 / 氢氧化铵 / 荧光素

检出物: 卤素离子。

溶液: I. 1g 硝酸银溶于100 ml 0.5 mol / L 氢氧化铵溶液中; II. 1g 荧光素溶于100 ml 乙醇中。

方法: 先喷溶液I, 稍干, 再喷溶液II。

③ 钼酸铵 / 亚硫酸钠

检出物: 硫化物、硫代硫酸盐与磷酸盐。

溶液: I. 5% 钼酸铵的1 mol / L 硫酸溶液; II. 5% 亚硫酸钠溶液。

方法: 先喷溶液I, 再喷溶液II, 于105°C加热30 min。

结果: 硫化物及硫代硫酸盐呈深蓝色, 磷酸盐呈蓝灰色。

④ 番木鳖碱

检出物: 溴酸盐、硝酸盐、氯酸盐。

溶液: I. 0.02% 番木鳖碱的1 mol / L 硫酸溶液; II. 2 mol / L 氢氧化钠溶液。

方法: 先喷溶液I, 再喷溶液II。

TLC Stains

Iodine

The plate can be stained with iodine. This can be achieved rapidly, by shaking the plate in a bottle containing silica and a few crystals of iodine. The iodine will stain any compound that reacts with it and so is especially good for visualizing unsaturated compounds. Most spots show up within a few seconds, but the stain is not usually permanent.

UV light

The plate can be viewed under a ultraviolet lamp to show any uv-active spots.

Dipping Solutions:

The plate can be treated with one of the reagents listed below and then heated to stain the spots. The reagent can be sprayed onto the plates, but this technique is quite hazardous and it is more effective for them to be dipped in the reagent. To do this, first let the tlc solvent evaporate, then holding the edge of the plate with tweezers, immerse the plate as completely as possible in the stain and remove it quickly. Rest the edge of the plate on a paper towel to absorb the excess stain before heating carefully on a hot plate or with a heat gun, until the spots show. This method is always permanent and should be done last. When glass plates are used the spots can sometimes be seen more clearly from the glass side of the plate.

p-Anisaldehyde

Preparation: anisaldehyde (15 g) in ethanol (250 ml) + conc. sulfuric acid (2.5 ml).

Good general reagent, gives a range of colors. Carbohydrate

Bromocresol green: carboxylic acids

Preparation: 0.3% in 1:4 water-methanol

add 8 drops of 30% NaOH/100 mL

carboxylic acids stain yellow-green on a blue background.

Ceric Ammonium Sulfate Spray

Preparation: 1% cerium (IV) ammonium sulfate (CAS) in 50% phosphoric acid.

Vinca alkaloids (Aspidospermas).

CAM

Preparation: 400ml 10% H₂SO₄ (aq.) , 10g ammonium molybdate , 4g ceric ammonium sulfate

peptides

Ceric Sulfate (Ce(SO₄)₂)

Preparation: 15% aqueous sulfuric acid saturated with ceric sulfate.

Fairly general, gives a range of colors.

Distilled Water Spray

Spots turn translucent or opaque while background of plates turns clear.

2,4-DNP

Preparation: 2,4-dinitrophenylhydrazine (12 g) + conc. sulfuric acid (60 ml) + water (80 ml) + ethanol (200 ml).

Mainly for aldehydes and ketones, gives orange spots.

Dragendorff Reagent

Preparation: Solution A: 1.7 g basic bismuth nitrate in 100 ml water/acetic acid (4:1). Solution B: 40 g potassium iodide in 100 ml of water. Mix reagents together as follows: 5 ml A + 5 ml B + 20 ml acetic acid + 70 ml water. Spray plates, orange spots develop. Spots intensify if sprayed later with HCl, or 50% water-phosphoric acid.

Good for phenols.

Ferric Chloride Spray

Preparation: 1% Ferric (III) Chloride in Methanol/water (1:1).

Good for phenols.

Iodoplatinate

Preparation: 10ml 5% PtCl₂ 20ml H₂SO₄ 50ml H₂O

alkaloids

Ninhydrin

Preparation:

200 mg ninhydrin 95 ml butanol 5 ml 10% AcOH Comments:

Good for amines.

PDAB-NaNO₂ Reagent - Ehrlich's, Van Urks

Preparation: Solution A: 0.1%p-dimethylaminobenzaldehyde (PDAB) in conc. HCl.

Solution B: 0.1% NaNO₂ (nitrite) in water. Spray plates with PDAB (solution A) first - warm -heat gun, then spray with NaNO₂.

Indoles give blue colors if the 2-position of the indole ring is unsubstituted.

Permanganate (KMnO₄)

Preparation: potassium permanganate (3 g) + potassium carbonate (20 g) + 5% aqueous, NaOH (5 ml) + water (300 ml).

Mainly for unsaturated compounds and alcohols, gives yellow spots.

PMA

Preparation: phosphomolybdic acid (12 g)(in ethanol (250 ml).

Good general reagent, gives blue-green spots.

Sulfanilic Acid Reagent (Diazotized), Pauly's Reagent

Preparation:

Solution A: 0.5% sulfanilic acid in 2% HCl.

Solution B: 0.5% NaNO₂ (nitrite) in water

Solution C: 0.5% NaOH in 50% ethanol

Mix equal volumes of A and B and spray TLC plates. Warm sprayed plate with a heat gun if necessary. Spray plates with solution C.

phenolic compounds turn orange or yellow with this reagent.

Sulfuric Acid

Preparation: 5% sulfuric acid in methanol.

This reagent is usually sprayed on the TLC.

Vanillin

Preparation: vanillin (15 g) in ethanol (250 ml) + conc. sulfuric acid (2.5 ml).

Good general reagent, gives a range of colors.

-