

Instituto de Química de São Carlos
Disciplina: Fundamentos de Análise Instrumental
Prof ° Dr. Álvaro José dos Santos Neto
Estagiário: Jonas Batista Reis
Data: 26/11/2013

Prática IV
Cromatografia em Camada Gasosa (CCD)

ANÁLISE DOS COMPONENTES DE UM ANALGÉSICO

- 1) Triture um comprimido do analgésico destinado ao seu grupo (desconhecido A, B, C ou D) a ser analisado, adicionando o pó em um tubo de ensaio.
- 2) Adicione aproximadamente 2,5 mL de metanol e agite cada tubo por 3-5 minutos. A seguir adicione uma alíquota de aprox. 1,5 mL de água e agite novamente. Em seguida, filtre e despreze o sólido.
- 3) De maneira análoga ao item 2, prepare soluções dos padrões solubilizando uma pequena quantidade da substância pura (pó) no solvente. Para a solubilização adequada da cafeína, a adição de alíquota de água é importante.
- 4) Aplicar em pontos separados das placas cromatográficas, a aproximadamente 0,6 a 0,7 cm da borda inferior e mantendo cerca de 1 cm de separação horizontal entre os pontos de aplicação, uma sequência de gotinhas (tubos capilares) das soluções padrões de cada analgésico e da amostras do comprimido desconhecido previamente triturado (conforme instrução do professor ou estagiário). Dependendo da concentração desta solução, duas ou três aplicações serão suficientes.
- 5) Prepare a seguir dois sistemas de eluentes: 1) acetona : clorofórmio 1:1 e 2) tolueno : clorofórmio : ácido acético glacial : metanol 12:5:1,8:0,1.
- 6) Prepare duas cubas cromatográficas, uma para cada sistema de eluente, adicionando uma certa quantidade do respectivo eluente, de modo que se alcance o nível de cerca de 3 a 4 mm.
- 7) Revestir a parede interna da cuba com um pedaço de papel de filtro que alcance o fundo da cuba. Feche a cuba e aguarde alguns minutos para que a atmosfera da cuba fique saturada com vapores do solvente de eluição. Eventualmente o nível do líquido deverá ser completado.

8) Introduzir a placa na cuba de modo que o **nível do líquido fique abaixo dos pontos de aplicação da amostra e dos padrões**. Esperar o desenvolvimento do cromatograma mantendo a cuba fechada.

9) Quando a frente do solvente chegar a 0,5 cm da borda superior da placa, retirá-la e **marcar a distância percorrida**. Deixar a placa secar totalmente ao ar (aprox. 5 a 10 minutos).

10) Após a secagem, coloque-as em uma atmosfera de iodo para revelar as manchas. Em 1-3 minutos, aparecerão manchas amareladas sobre as placas. Alternativamente as manchas poderão ser observadas em câmara de irradiação UV.

11) Remova então as placas de dentro da cuba de iodo, contornando cada mancha com lápis ou lapiseira. Calcule o Rf.