

Roteiro de aula prática: **Cromatografia em Camada Delgada**
Análise de Comprimidos Analgésicos

1. Reagentes e soluções padrão:

- Solução padrão de ácido acetilsalicílico preparada em metanol na concentração 2% m/v.
- Solução padrão de paracetamol preparada em metanol na concentração 3% m/v.
- Solução padrão de cafeína preparada em clorofórmio na concentração 5% m/v.
- Placa de sílica gel G_{F254}, espessura de 0,50 mm nas dimensões de (5 x 7)cm.
- Fase móvel: 8 mL de Acetato de Etila : 1,5 mL Clorofórmio : 0,5 mL de Dietilamina.

Amostra: comprimidos placebo fortificados com misturas binárias ou terciária dos padrões de paracetamol, ácido acetilsalicílico e/ou cafeína.

Reveladores:

a) Solução aquosa de FeCl₃ na concentração 10% m/v em água.

b) Solução de Dragendorff:

- 1) Solução A: 0,17g de Subnitrato de Bismuto + 2 mL de Ácido Acético + 8 mL de água; 2) Solução B: 4g de KI em 10 mL de água; 3) Solução de uso: 0,5 mL da solução A + 0,5 mL da solução B + 2 mL de Ácido Acético + 10 mL de água.

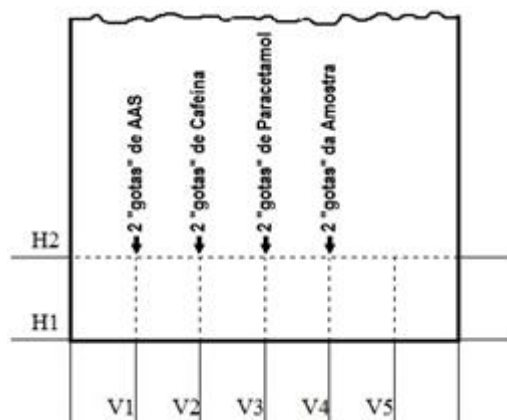
2. Procedimentos:

2a) Preparação da amostra:

1. Pesar 0,1g da amostra em uma barquinha de pesagem.
2. Transferir toda a amostra pesada para um tubo "Falcon" de 15 mL e adicionar 1,0 mL de Metanol.
3. Agitar o tubo em um "mixer" durante 1 minuto.
4. Centrifugar por 5 minutos a 5000 rpm sob temperatura ambiente.
5. Transferir o sobrenadante para um microtubo de 2mL.

2b) Análise cromatográfica:

1. Ativar uma placa de sílica aquecendo-a a 110 °C durante 10 minutos.
2. Posicione a placa de sílica sobre a figura abaixo, a qual deverá ser utilizada para guiar a aplicação dos padrões e da amostra.



3. Observar que os pontos de aplicação são definidos por uma "estimativa visual" de intersecção das retas verticais V1, V2, V3, V4 e V5 com a reta horizontal H2, pois **NENHUMA MARCAÇÃO DEVERÁ SER FEITA NAS PLAQUINHAS A FIM DE NÃO DANIFICÁ-LAS**.
4. Utilizando os capilares, aplicar as soluções padrão e a amostra sobre a placa aguardando o solvente evaporar entre cada "gota" aplicada a fim de evitar o espalhamento da amostra. Tente limitar o espalhamento das aplicações a uma circunferência de diâmetro de 3mm. ***Espalhar demais as amostras irá prejudicar a separação cromatográfica e a visualização dos analitos após serem revelados.
5. Transferir a placa para uma cuba cromatográfica previamente saturada com a fase móvel.
6. Aguardar o desenvolvimento da corrida cromatográfica até que a frente da fase móvel atinja aproximadamente 0,5 cm da borda superior da placa.
7. Retirar a placa da cuba, marcar a posição da fase móvel e manter a placa na capela de exaustão até que todo solvente se evapore.
8. Levar a placa ao sistema de irradiação UV e visualizar as manchas referentes a cada aplicação.
9. Revelar a placa com a solução de cloreto férrico e secá-la utilizando um secador de cabelos.
10. Pontilhar com um lápis ao redor das manchas reveladas e a seguir, revelar a placa com a solução de Dragendorff.
11. Determinar o fator de retenção de cada padrão e componentes da amostra.