

# CHROMATOGRAFIA TLC

## Identyfikacja sulfonamidu w preparacie leczniczym Bactrim

**Aparatura i odczynniki:** komory chromatograficzne, mikropipetki, rozpylacz, płytki z silikażelem, suszarka, moździerz, kolba o poj. 50ml

### Roztwory wzorcowe sulfonamidów o stężeniu 1 mg/ml (acetonowe):

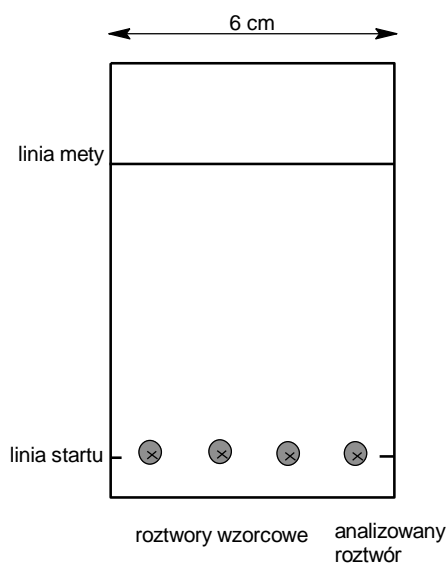
sulfacetamid, sulfametoxazol, sulfakarbamid, sulfamerazyna, sulfametazyna, sulfanilamid, Bactrim (tabl. 480mg) -o stężeniu 5mg/ml.

**Układ rozwijający:** chloroform - metanol (8:2)

**Wywoływacz:** p-dimetyloaminobenzaldehyd

**Tok pracy:** Tabletkę Bactrim należy utrzeć w moździerzu. Następnie przenieść do kolby o pojemności 50 ml, dodać około 25 ml acetonu, lekko zamieszać. Gdy osad (substancja dodatkowa w tabletkie) opadnie na dno uzupełnić acetonem do 50 ml. Wymieszać.

Na płytce chromatograficznej należy zaznaczyć miejsce odpowiadające linii startu w odległości 1,5 cm od dolnej krawędzi płytki. Od linii startu należy odmierzyć 10 cm i zaznaczyć ołówkiem linię mety. Na punkty startowe nanosi się mikropipetką wskazane przez asystenta roztwory wzorcowe i roztwór Bactrim.



Płytkę po naniesieniu roztworów suszy się. Następnie wkłada do komory chromatograficznej zawierającej układ rozwijający (po wcześniejszym kondycjonowaniu). Dolna krawędź płytki powinna być zanurzona w fazie ruchomej na głębokość 1 cm. Komorę zamyka się i rozwija

chromatogram do osiągnięcia przez czoło rozpuszczalnika linii mety. Następnie wyjmuję się płytki z komór, suszy, a później spryskuje powierzchnię płytki roztworem wywoływacza (pod dygestorium). Płytkę suszy się w strumieniu ciepłego powietrza, najpierw delikatnie a potem intensywnie. Sulfonamidy uwidaczniają się w postaci żółtych plam. Plamy sulfonamidów obrysowuje się i mierzy odległość od punktu startu do środka plamki. Wartość Rf wynosi wtedy 1/10 zmierzonej odległości.

Wartości otrzymanych współczynników należy zestawić w tabeli. Na podstawie tych wartości identyfikuje się sulfonamid w preparacie leczniczym.

Do sprawozdania należy dołączyć chromatogram (kserokopię w skali 1:1). We wnioskach należy podać zidentyfikowany sulfonamid.

Podstawą oznaczania sulfonamidów jest reakcja między sulfonamidem a p-dimetyloaminobenzaldehydem. Powstaje żółto zabarwiona zasada Schiffa.

