

Identificação cromatográfica da cafeína existente num medicamento



Objectivo

Identificar a cafeína existente em medicamentos usando a técnica de cromatografia de camada fina.

Introdução

Para isolar a cafeína de outras substâncias existentes na amostra em estudo, faz-se uma extracção com clorofórmio.

Como a cafeína pura apresenta absorvância na região espectral do ultravioleta ($\lambda = 273 \text{ nm}$) a revelação do cromatograma pode ser feita com uma lâmpada UV, em alternativa à revelação por iodo.

Material	Produtos/Reagentes
- Balança	- Comprimidos contendo cafeína
- Almofariz	- Cafeína
- Pipetas de 1 e 5 ml	- Amoníaco concentrado
- Bomba pipetadora	- Clorofórmio
- Vareta	- Acetona
- Centrifugadora	- Iodo
- Tubos de centrifugadora	
- Funil de sólidos	
- Espátula	

- Pinça	
- Pipetas Pasteur	
- Câmara cromatográfica	
- Proveta	
- Placas cromatográficas	
- Lápis	
- Régua	
- Secador	
- Lâmpada UV	
- Câmara para iodo	

Procedimento experimental

A-Extração da cafeína de medicamentos

- 1-Pulverizar num almofariz cerca de 1 g de comprimido a analisar.
- 2- Transferir o pó para um tubo de centrifuga com a ajuda de um funil de sólidos. Adicionar 3 ml de NH_3 concentrado e 1 ml de clorofórmio. Misturar com uma vareta e centrifugar a 410 rpm durante 10 minutos.
- 3- Retirar a camada orgânica (camada inferior) com a ajuda de uma pipeta Pasteur e transferir para um tubo de ensaio.
- 4- Repetir este procedimento com uma amostra de cafeína pura.

B- Preparação da câmara cromatográfica

5- Preparar a câmara cromatográfica, deitando uma mistura de acetona-clorofórmio (1:1, v:v) até cerca de 1 cm de altura. Tapar a câmara e esperar cerca de 10 minutos para se estabelecer o equilíbrio entre as fases líquida e gasosa.

C- Desenvolvimento do cromatograma

- 6- Marcar na placa cromatográfica uma linha a lápis, a cerca de 1,5 cm da base.
- 7- Colocar uma gota de cada uma das soluções sobre a linha marcada, a iguais distâncias entre si.

Usando uma pinça, colocar a placa dentro da câmara e deixar em repouso até o eluente subir cerca de 1 cm do topo.

8- Aplicar a placa, marcar imediatamente a lápis a posição da frente do solvente. Deixar secar ao ar dentro da hotte.

9- Colocar a placa, já seca, num recipiente contendo cristais de iodo. Ao fim de pouco tempo, surgem pequenas manchas na placa. Retirar a placa, com o auxílio de uma pinça, e marcar de imediato um círculo à volta das manchas.

Alternativamente, pode-se utilizar a lâmpada UV se as manchas forem fluorescentes, devendo proceder-se à marcação das manchas ainda com a lâmpada acesa.

10- Calcular os R_f para as manchas obtidas.

Aviso: Os raios-ultravioleta são perigosos, deste modo, não se deve olhar directamente para a lâmpada, nem expor a pele por longos períodos de tempo.

