

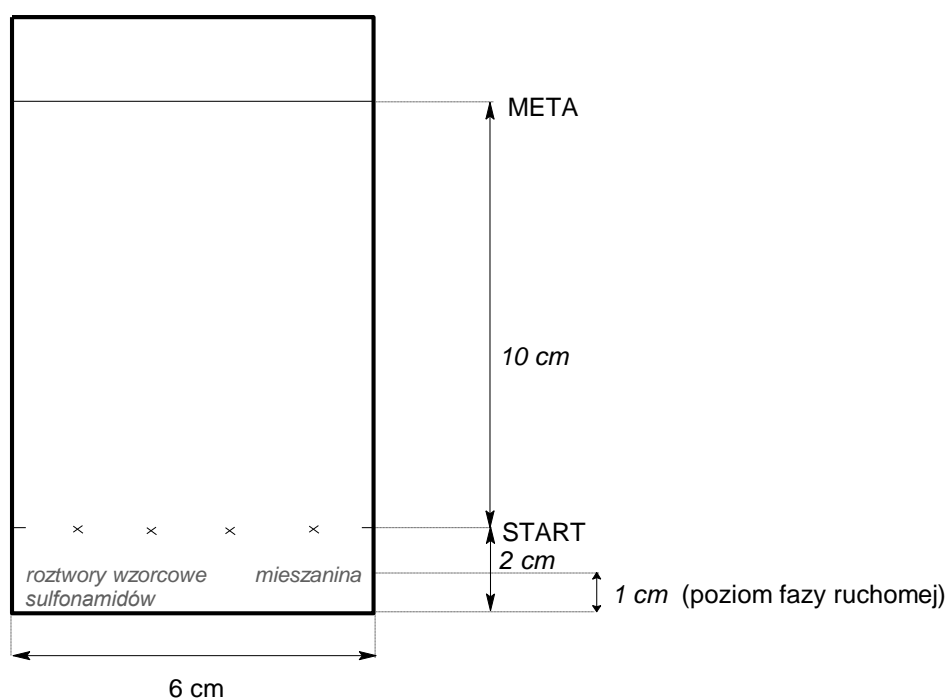
ROZDZIAŁ I IDENTYFIKACJA SULFONAMIDÓW NA ŻELU KWASU KRZEMOWEGO

Sprzęt: komory chromatograficzne, rozpylacz, mikropipetki, płytki aluminiowe z żelem krzemionkowym

Roztwory wzorcowe, acetonowe o stężeniu $C=1\text{mg/ml}$: sulfacetamid, sulfanilamid, sulfaguanidyna, sulfakarbamid, sulfadimetoksyna, sulfametazyna, sulfamerazyna, sulfametoxazol.

Układ rozwijający: chloroform - metanol (8:2)

Wywoływacz: p-dimetyloaminobenzaldehyd



Tok pracy: Na płytkach pokrytych żelem krzemionkowym należy zaznaczyć linię startu (2 cm od dolnej krawędzi płytki), na którą należy nanieść roztwory wskazane przez asystenta (trzy roztwory wzorcowe i roztwór analizowanej mieszaniny). Następnie płytkę suszy się. Komorę chromatograficzną należy kondycjonować przez ok. 3 min. Płytkę wkłada się do komory, przy czym dolna krawędź płytki powinna być zanurzona na głębokość 1 cm. Komorę zamyka się i rozwija chromatogram do osiągnięcia linii mety przez czoło rozpuszczalnika (10 cm). Wówczas wyjmuje się płytkę z komory i suszy suszarką (pod dygestorium), a następnie spryskuje się powierzchnię płytki roztworem wywoływacza (pod dygestorium). Płytkę suszy się w strumieniu ciepłego powietrza, najpierw delikatnie a potem intensywnie, zbliżając wylot suszarki do płytki. Sulfonamidy uwidaczniają się w postaci żółtych plam. Dla niskich stężeń naniesionych substancji należy płytkę po spryskaniu jeszcze suszyć przez chwilę w temperaturze ok. 100 C. Plamki sulfonamidów należy obrysować się i zmierzyć odległość od środka plamki do linii startu. Wartość R_f wynosi 1/10 zmierzonej odległości. Wyniki R_f zestawia się w tabelę, a następnie na podstawie tych wartości należy zidentyfikować składniki analizowanej mieszaniny. Do sprawozdania należy dołączyć zeskanowany chromatogram (w skali 1:1). Należy zapoznać się ze wzorami chemicznymi

chromatografowanych aminokwasów oraz reakcją służącą do wywoływania chromatogramów.

Podstawą oznaczania sulfonamidów jest reakcja barwna, w której powstaje żółto zabarwiona zasada Schiffa.

