

Método para Separação de Misturas

CROMATOGRAFIA

A cromatografia é uma técnica utilizada para analisar, identificar ou separar os componentes de uma mistura. A cromatografia é definida como a separação de dois ou mais compostos diferentes por distribuição entre fases, uma das quais é estacionária e a outra móvel.

A mistura é adsorvida em uma fase fixa, e uma fase móvel flui continuamente sobre a mistura adsorvida. Pela escolha apropriada da fase fixa e da fase móvel, além de outras variáveis, pode-se fazer com que os componentes da mistura sejam arrastados ordenadamente. Aqueles que interagem pouco com a fase fixa são arrastados facilmente e aqueles com maiores interações ficam mais retidos. As interações envolvidas são: formação de sais, coordenação, ligação hidrogênica, dipolo-dipolo, forças de dispersão de London.

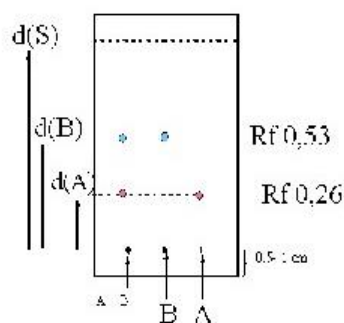
Dependendo da natureza das duas fases envolvidas têm-se diversos tipos de cromatografia:

- sólido-líquido (coluna, camada fina, papel);
- líquido-líquido (HPLC)
- gás-líquido (CG)

1.1- CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA:

A cromatografia em camada fina (ou delgada) é uma técnica simples, barata e muito importante para a separação rápida e análise qualitativa ou quantitativa de pequenas quantidades de material. Ela é usada para determinar a pureza do composto, identificar componentes em uma mistura comparando-os com padrões; acompanhar o curso de uma reação pelo aparecimento dos produtos e desaparecimento dos reagentes, e ainda para isolar componentes puros de uma mistura.

Na cromatografia de camada delgada a fase líquida ascende por uma camada fina do adsorvente estendida sobre um suporte (placa de vidro, de alumínio ou de plástico). Sobre a placa espalha-se uma camada fina de adsorvente (sílica gel, alumina, celulose). Após a aplicação da amostra, a placa é colocada verticalmente em um recipiente fechado (cuba cromatográfica) que contém uma pequena quantidade de solvente. O solvente (eluente) este eluirá pela camada do adsorvente por ação capilar. A Figura 11.1 mostra



um esquema da cromatografia em camada delgada.

Figura 5.1. Cromatografia em camada delgada.

LABORATÓRIO DE FUNDAMENTOS DE QUÍMICA AULA Nº 5

A amostra é colocada na parte inferior da placa, através de aplicações sucessivas de uma solução da amostra com um pequeno capilar, formando uma mancha circular. À medida que o solvente sobe pela placa, a amostra é compartilhada entre a fase líquida móvel e a fase sólida estacionária. Durante este processo, os diversos componentes da mistura são separados. As substâncias menos polares avançam mais rapidamente que as substâncias mais polares. Esta diferença na velocidade resultará em uma separação dos componentes da amostra. Quando estiverem presentes várias substâncias, cada uma se comportará segundo suas propriedades de solubilidade e adsorção, dependendo dos grupos funcionais presentes na sua estrutura. Cada mancha corresponde a um componente presente na mistura original.

Depois que o solvente atingiu o topo da placa, esta é retirada da cuba. Quando os componentes são substâncias coloridas, as manchas são visíveis. Quando os compostos são incolores a placa deve ser "revelada" usando um "revelador", por exemplo: vapores de iodo (reage com compostos orgânicos formando complexos de cor amarela); nitrato de prata (para derivados halogenados), 2,4-dinitrofenilidrazina (para cetonas e aldeídos), verde de bromocresol (para ácidos), ninhidrina (para aminas), etc.

Um parâmetro frequentemente usado em cromatografia é o "fator de retenção" de um composto, abreviado como R_f . Na cromatografia de camada fina, o R_f é função da fase estacionária usada e do eluente. Ele é definido como a razão entre a distância percorrida pela mancha do componente e a distância percorrida pelo eluente.

Portanto:

$$R_f = d_C / d_S$$

Onde:

d_C = distância percorrida pelos componentes da mistura.

d_S = distância percorrida pelo eluente.

Quando as condições de medida forem completamente especificadas, o valor de R_f é constante para qualquer composto dado e correspondente a uma propriedade física. Este valor deve apenas ser tomado como guia, já que existem vários compostos com o mesmo R_f .

Sob uma série de condições estabelecidas para a cromatografia em camada fina, um determinado composto percorrerá sempre uma distância fixa relativa à distância percorrida pelo solvente. Estas condições são:

- 1- O sistema de solvente utilizado;
- 2- O adsorvente usado;
- 3- Espessura da camada adsorvente;
- 4- Quantidade relativa do material.

1.2- CROMATOGRAFIAS EM COLUNA

A cromatografia em coluna é uma técnica de partição entre duas fases, sólida e líquida, baseada na capacidade de adsorção e solubilidade. A fase estacionária deve ser um material insolúvel na fase líquida associada. As mais usadas são a sílica gel (SiO_2) e a alumina (Al_2O_3). A mistura a ser separada é colocada na coluna com um eluente menos polar e vai-se aumentando gradativamente a polaridade do eluente e conseqüentemente o seu poder de arraste de substâncias mais polares. Uma seqüência de eluentes normalmente utilizada é: *hexano, éter etílico, acetato de etila, etanol, metanol, água e ácido acético.*

LABORATÓRIO DE FUNDAMENTOS DE QUÍMICA AULA Nº 5

O fluxo de solvente deve ser contínuo. Os diferentes componentes da mistura mover-se-ão com velocidades distintas dependendo de sua afinidade relativa pelo adsorvente (grupos polares interagem melhor com o adsorvente) e pelo eluente. A capacidade de um determinado eluente em arrastar um composto adsorvido na coluna depende da polaridade do solvente com relação ao composto. Em geral, os compostos apolares passam através da coluna com uma velocidade maior do que os compostos polares, porque os primeiros têm menor afinidade com a fase estacionária. Se o adsorvente escolhido interagir fortemente com todos os compostos da mistura, ela não se moverá. Por outro lado, se for escolhido um solvente muito polar, todos os compostos podem ser eluídos sem serem separados. Por uma escolha cuidadosa das condições, praticamente qualquer mistura pode ser separada (Figura 10.2).

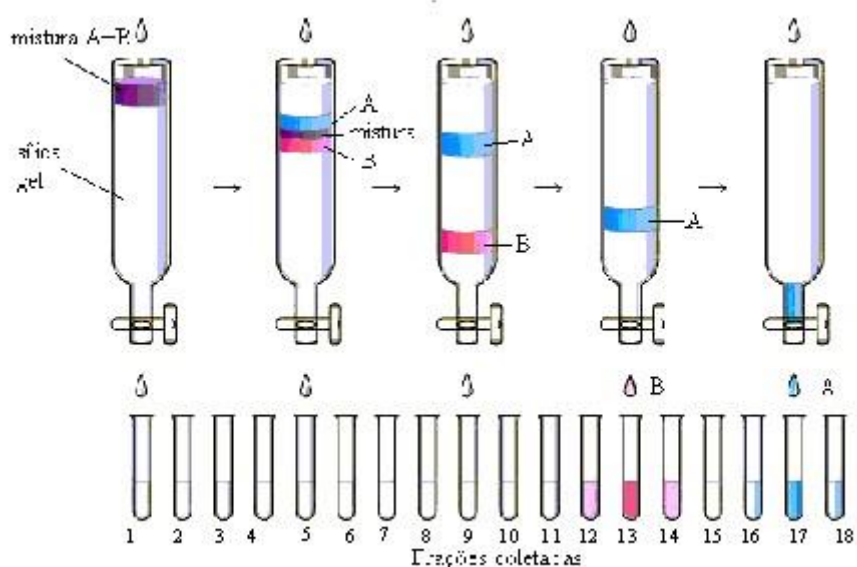


Figura 5.2. Cromatografia em coluna.

Outros adsorventes sólidos para cromatografia de coluna em ordem crescente de capacidade de retenção de compostos polares são: *papel, amido, açúcares, sulfato de cálcio, sílica gel, óxido de magnésio, alumina e carvão ativo*. Ainda, a alumina usada comercialmente pode ser ácida, básica ou neutra. A alumina ácida é útil na separação de ácidos carboxílicos e aminoácidos; a básica é utilizada para a separação de aminas.

PARTE EXPERIMENTAL

Objetivos: Separação dos corantes azul de metileno e alaranjado de metila.

Materiais e reagentes: bateria contendo tubos de ensaio, capilares, 1 cuba cromatográfica, 1 placa para cromatografia, 1 coluna para cromatografia, provetas de 10 mL, béqueres (50mL), algodão, sílica gel 60 (70-230 mesh) para cromatografia em coluna, etanol, régua (20cm).

LABORATÓRIO DE FUNDAMENTOS DE QUÍMICA AULA N° 5

Procedimento:

2.1. Cromatografia em camada delgada (CCD)

- a) Faça uma placa cromatográfica de camada fina dos corantes alaranjado de metila e azul de metileno
- b) Aplique a amostra do corante na parte inferior da placa, a aproximadamente 0,5 cm da base da placa de sílica-gel, fazendo 3 (três) spots. Um para cada corante nas laterais da placa e um spot no centro contendo a mistura dos dois corantes.
- c) Coloque 10 mL de etanol (designado como eluente) dentro de uma cuba cromatográfica.
- d) Coloque a placa dentro cuba cromatográfica e feche a tampa. O nível de eluente deve estar **abaixo** do nível das manchas na placa.
- e) Após a eluição, retire a placa da cuba e deixe-a secar.
- f) Calcule os Rf obtidos em cada experimento, utilizando uma régua para medir as distâncias percorridas pelo solvente e pelas manchas.

2.2 Cromatografia em coluna

- a) Adapte um pequeno chumaço de algodão na parte inferior da coluna, com cuidado para não compacta-lo demais e obstruir a saída.
- b) Preencha 1/3 da coluna com sílica-gel (3 g ou 10 g). Compacte a coluna golpeando-a suavemente com as mãos.
- a) Separe via coluna cromatográfica uma mistura de 0,5mL dos corantes alaranjado de metila e azul de metileno. Utilize etanol como eluente.

**** Obs:** de acordo com a coluna utilizada, a quantidade de sílica pode variar. Se for coluna de 1 cm, usar 3g. Se for coluna de 4 cm, usar 10g.

Questões:

- 1) O que representa o Rf? Como ele é calculado?
- 2) Quais são as aplicações da CCD?
- 3) Explique o que é uma série eluotrópica?
- 4) Para que serve um revelador em cromatografia?
- 5) Qual corante foi eluído primeiro? Por quê?

Referências Bibliográficas

- 1) A.R.M. Oliveira, F. Simonelli, F.A. Marquers, *Química Nova na Escola* **1998**, 7, 38.
- 2) R. Morrison, R. Boyd, *Química Orgânica*, Fundação Calouste Gulbenkian, 13ª Edição, Lisboa, 1996.
- 3) H.G.O. Becker et al., *ORGANIKUM Química Orgânica Experimental*, Fundação Calouste Gulbenkian, 2ª Edição, Lisboa, 1997.