

UFSC – Departamento de Química

QMC 5119 – Introdução ao Laboratório de Química – 2015.1

EXPERIÊNCIA 05: CROMATOGRAFIA EM PAPEL

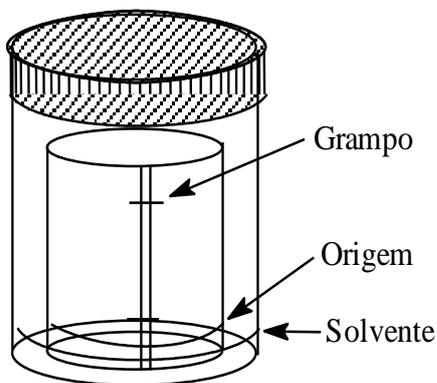
1. Cromatografia

Uma das técnicas de separação de mistura bastante utilizada é a cromatografia. Esta técnica foi desenvolvida por Michael Tswett (botânico russo), no começo do século XX, passando através de uma coluna cromatográfica, preenchida com carbonato de cálcio (CaCO_3), pigmentos extraídos de plantas.

A cromatografia pode ser utilizada para a análise de misturas em seus componentes. É utilizada para separar e identificar (mediante a comparação com padrões) substâncias no trabalho policial-químico, por exemplo, drogas e narcóticos podem ser identificados na urina ou em uma amostra do sangue.

Existem vários tipos de técnicas cromatográficas, entre eles: cromatografia em coluna, *HPLC (High Performance Liquid Chromatography)*, *TLC (Thin Layer Chromatography)*, *GLC (Gas – Liquid Chromatography)* e cromatografia em papel.

O conhecimento sobre a polaridade das moléculas das substâncias é muito importante na cromatografia em papel. Sabe-se que as substâncias cujas moléculas são polares interagem mais intensamente com solventes polares. As substâncias apolares têm mais afinidade com solventes apolares. Assim, variando a polaridade do solvente, ou misturas de solventes, podem-se separar os componentes de uma amostra.



Na cromatografia em papel, utilizamos o papel como fase estacionária, sobre o qual será aplicada a amostra. Marca-se no papel com um lápis o ponto de partida da amostra a ser aplicada no papel (1,5 cm de altura). Aplica-se a amostra sobre o ponto de partida já marcado, e o papel é colocado em um béquer fechado (cuba cromatográfica), com solvente suficiente para molhar apenas a parte inferior do papel (o solvente não deve tocar a amostra, vide a Figura 1). O solvente sobe, por capilaridade, pelo papel separando os componentes da mistura (Figura 2). As manchas dos componentes da mistura que são menos adsorvidos ao papel deslocam-se mais do que os componentes mais adsorvidos ao papel.

Figura 1: Representação da montagem experimental da cromatografia em papel.

A seguir é apresentada a definição de alguns termos utilizados na cromatografia em papel:

- suporte: papel sobre o qual fica retida a fase estacionária;
- fase móvel: líquido ou mistura de líquidos que sobe por capilaridade pelo papel, arrastando os solutos aplicados no papel. Este líquido ou mistura de líquidos é o que se denominou acima de solventes;
- cromatograma: papel que apresenta as substâncias separadas

- revelador ou agente cromogênico: agente físico ou químico que possibilita visualizar substâncias separadas pela cromatografia em papel

Na cromatografia, a razão entre a distância percorrida pelo composto (da origem ao centro da mancha) e a distância percorrida pelo solvente é constante e denotado por R_f , ou seja,

$$R_f = \frac{C}{S}$$

C = distância percorrida pelo composto, da origem ao centro da mancha.

S = distância percorrida pelo solvente da origem a linha superior (linha do solvente).

R_f = razão de frente do solvente/ fator de retardamento (valor característico de uma determinada substância)

A Figura 2 representa um cromatograma em papel com 4 compostos (A, B, C e D) e com 4 misturas desses compostos (i, ii, iii e iv).

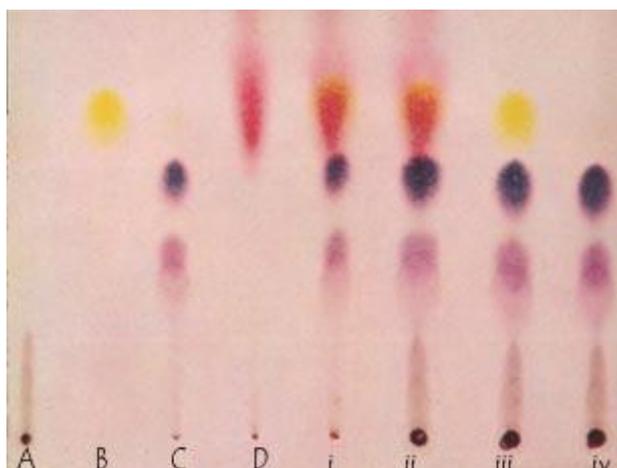


Figura 2: Representação de um cromatograma em papel.

A separação dos componentes de uma mistura neste tipo de cromatografia está baseada nas diferenças de solubilidade dos seus componentes na fase móvel e estacionária. Os componentes com menor solubilidade na fase estacionária têm um deslocamento mais rápido ao longo do papel. De outra parte, os componentes com maior solubilidade na fase estacionária serão conseqüentemente retidos e terão uma movimentação mais lenta.

Portanto, o processo de separação envolve a interação dos solutos com as duas fases. Existem outros fatores que influenciam nas interações do soluto com as duas fases, como: adsorção na superfície da fase estacionária e carga do composto. Resumindo, temos que os vários componentes de uma mistura, devido a diferentes interações com a fase estacionária e móvel, são separados em seus componentes, mas para se reproduzir a análise cromatográfica precisamos utilizar as mesmas condições experimentais.

2. Pré-laboratório

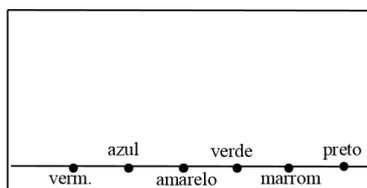
1. Apresente uma escala de polaridade de solventes, iniciando com água (mais polar) e finalizando com tetracloreto de carbono (menos polar).
2. Quais os fatores envolvidos na separação de uma mistura de compostos por cromatografia?
3. Em relação às tintas de caneta hidrocor marque a opção a abaixo que expressa a sua hipótese em relação à sua constituição:
 - a) () a tinta de canetas hidrocor é formada por apenas um composto químico.
 - b) () a tinta de caneta hidrocor é formada pela mistura de diferentes compostos.
 - c) () Outra: _____
4. Por que se utiliza lápis grafite (e não caneta) para marcar no papel?
5. O que significa capilaridade?
6. Qual a composição química do papel? Cite exemplos. Como ele é fabricado?
7. Seria possível separar uma mistura de íons metálicos em solução pela técnica da cromatografia em papel?

3. Procedimentos:

A. Utilização da tinta de caneta hidrocor

Utilizando uma régua, trace uma linha reta com um lápis a 1,5 cm das extremidades do papel maior. Marque, em uma das extremidades, seis pontos equidistantes com um lápis ao longo da reta, numerando-os de 1 a 6.

Faça pequenos pontos com cada uma das canetas seguindo a ordem das cores.



Enrole o papel na forma de um cilindro e coloque grampos para manter a forma de cilindro (veja a Figura 1). *Obs: deixe um pequeno espaço ($\pm 1\text{mm}$) entre as duas extremidades de forma a não se tocarem.*

Coloque esse cilindro de papel no béquer contendo a mistura de solventes na proporção 1:1:1 de etanol/1-butanol/amônia 2 mol L^{-1} (esta será a fase móvel utilizada neste experimento).

Cubra o béquer com um plástico e amarre com uma liga de borracha, para evitar a evaporação da mistura de solventes. Não agite o béquer.

Quando a linha do solvente atingir a marca superior no papel, remova-o do béquer.

Remova os grampos e deixe-o secar naturalmente.

Depois de seco, faça um círculo com um lápis ao redor de cada mancha e calcule todos os R_f .

B. Utilização de cátions em solução

Utilizando o papel menor, e após marcar com um lápis a linha para as duas extremidades, faça pequenos pontos com as soluções dos íons metálicos e com a solução desconhecida, usando um tubo capilar (um capilar para cada solução).

Grampeie o papel na forma de um cilindro, como você fez para o cromatograma anterior. Importante! O grampo inferior não deve ficar submerso na mistura solvente. Coloque no béquer contendo a mistura HCl/acetona (7 mL de HCl 6 mol L⁻¹/ 25 mL de acetona).

Cubra o béquer, como anteriormente, com um plástico para evitar a evaporação da mistura solvente. Não agite o béquer. *Atenção: o solvente sobe rapidamente nesta segunda parte.*

Quando a linha do solvente atingir a marca superior no papel, remova-o do béquer.

Seque o cromatograma dos íons metálicos, ao ar quente utilizando um soprador térmico (Atenção! Para não queimar o cromatograma deve-se manter a saída de ar distante do papel). Circule com um lápis qualquer mancha no cromatograma e anote a cor.

Para “revelar todas as cores” desse cromatograma, coloque-o aberto sobre o béquer (na capela química com o exaustor ligado) que contém amônia 6 mol L⁻¹ e cubra-o com um vidro de relógio por 5 minutos (repita o mesmo procedimento para a outra metade do cromatograma). Este processo de “revelação” se constitui de reações entre os cátions com moléculas de amônia (NH₃).

Seque o cromatograma novamente demarcando e anotando a cor de cada mancha.

Marque a posição de qualquer mancha nova que aparecer, anote qualquer mudança observada e calcule todos os R_f .

4. Cromatografia em Giz

Leia o artigo indicado abaixo sobre uma possibilidade didática a ser explorada no ensino médio de desenvolvimento de cromatografia em giz. Com os devidos cuidados, você pode realizar facilmente este experimento em casa. Para tanto, você precisa de barra de giz branco para fazer o experimento. É preciso ter a disposição ainda, pelo menos, álcool etílico e caneta hidrocor. Compare o resultado obtido no experimento com aquele da cromatografia em papel feito em sala de aula. Qual a sua opinião sobre a utilização didática do experimento de “cromatografia em giz”? Coloque fotos deste experimento realizado por você no relatório.

Artigo sobre cromatografia em giz:

PALOSCHI, Rosiléia; ZENI, Mara; RIVEROS, Raul. Cromatografia em giz no ensino de química: didática e economia. Química Nova na Escola, n.7, p.35-36, 1998.

Disponível em: <http://qnesc.sbgq.org.br/online/qnesc07/exper1.pdf>.

6. Questionário

1. Através dos cromatogramas que você obteve:
 - i) Indique quais os pigmentos que constituem a cor preta.
 - ii) Que pigmentos, se existirem, estão presentes na tinta da caneta marrom e preta e não estão em nenhuma das outras tintas?
 - iii) Calcule o R_f para cada pigmento que compõe a tinta da caneta hidrocor.
2. Calcule o R_f para cada íon metálico, a partir do cromatograma obtido. Qual a composição da amostra desconhecida?
3. Se no cromatograma da questão anterior, a frente do solvente chegasse somente até a metade da altura, ou seja, se deixássemos um tempo menor com a parte inferior imersa no solvente, o valor do R_f correspondente a cada íon seria diferente? Justifique a resposta.
4. Os valores do R_f de compostos polares tenderiam a aumentar ou a diminuir com o aumento da polaridade do solvente? Justifique a sua resposta.
5. Por que é conveniente fazer manchas bem pequenas para a obtenção de um cromatograma?
6. Ao se fazer uma cromatografia em papel de uma determinada amostra, que estávamos suspeitando que seria de íons cobre ou manganês, obtivemos um valor de R_f igual a 0,6. Pergunta-se:
 - i) Se a distância do limite superior que a mistura solvente chegou à mancha que corresponde a posição da amostra foi de 2,0 cm, qual a distância desta mancha à posição de partida?
 - ii) Comente se o valor de R_f é característico para amostra de um mesmo composto, independente do sistema solvente utilizado.
 - iii) Qual o procedimento para se tirar a dúvida se a amostra desconhecida contém íons cobre ou manganês?