

## Prática 1. Cromatografia em papel - CP

### 1. Introdução

A técnica de Cromatografia em papel- CP é classificada como cromatografia por partição, onde as fases móvel e estacionária são líquidos. Isto é, a separação dos componentes de uma mistura em CP ocorre pela distribuição destes, entre dois líquidos, a fase móvel e a fase estacionária sobre um suporte sólido (papel).

**Como ocorre a separação?** É devida a solubilidade relativa dos componentes da mistura nas fases móvel (FM) e estacionária. Os componentes menos solúveis na fase estacionária (FE) apresentam movimentação mais rápida ao longo do papel, em contra partida, os mais solúveis na fase estacionária serão seletivamente retidos, apresentando uma movimentação mais lenta (Collins, *et al*, 2006).

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.

**Qual o mecanismo da separação?** Pode ser explicado pelo fato de a celulose ser constituída por duas mil ou mais unidades de glicose anidra, ligadas entre si por átomos de oxigênio; um líquido polar como a água tem grande afinidade com as hidroxilas de cada glicose, formando ligações de hidrogênio, mantendo-se retidas e funcionando como fase estacionária. Os líquido menos polares (solventes orgânicos) são repelidos por esta estrutura e funcionam como fase móvel.

#### Defina alguns termos técnicos?

- suporte: papel sobre o qual fica retida a fase estacionária;
- Cuba Cromatográfica: Local onde a cromatografia será desenvolvida
- 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 retenção (valor característico de uma determinada substância).

### 2. Objetivo

Conhecer os princípios técnicos da Cromatografia em papel;

Separar compostos orgânicos, íons metálicos e ânions inorgânicos por CP;

Identificar componentes de uma amostra desconhecida;

### 3. Materiais

	Qtde		Qtde
Etanol (92,8 %)	-	Becker de 250 mL	4
Butan-1-ol	-	Pipeta graduada 10 mL	1
Acetona	-	Pera	1
NH <sub>4</sub> OH (2 mol/L) e (6 mol/L)	100 mL cada	Canetas hidrocor marca Neo-compacto	-
HCl (6 mol/L)	100 mL	Soluções íons Fe <sup>+3</sup> , Cu <sup>+2</sup> , Mn <sup>+2</sup> , Ni <sup>+2</sup>	-
Balão volumétrico de 100 mL	2	Solução desconhecida de cátions	10 mL
Tubos capilares	6 unidades	filme plástico	-
Proveta 10, 25 mL	1 cada	Folha de papel filtro grande	1
Becher 50 mL	4	Tesoura, régua, grampeador	1
Funil de vidro pequeno	1	Soprador térmico	1

### 4. Procedimento

#### 4.1 Separação dos pigmentos da tinta de caneta hidrocor

Meça no Becker o tamanho aproximado do papel antes de cortá-lo (Figura 1A). O corte deve ser o mais reto possível (use régua). Utilizando uma régua, trace uma linha reta com um lápiz a 1,5 cm da extremidade inferior do papel. Marque, sobre a linha, sete pontos equidistantes com um lápiz ao longo da reta, numerando-os de 1 a 7.

Faça pequenos pontos com cada uma das canetas seguindo a ordem das cores (Figura 1B).

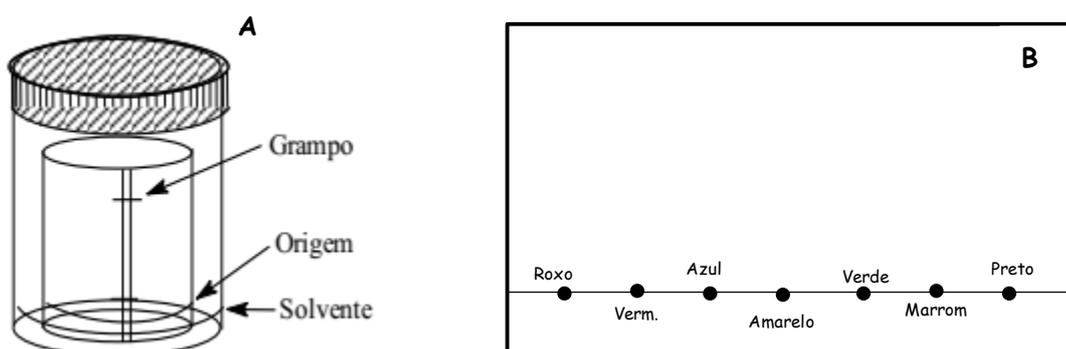


Figura 1: Representação da montagem experimental da cromatografia em papel (A), Cromatograma de corantes FM: 1:1:1 butan-1-ol:etanol:NH<sub>4</sub>OH 2 mol L<sup>-1</sup> (B).

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

Prepare 18 mL da fase móvel composta de uma mistura de solventes na proporção 1:1:1 de etanol/butan-1-ol/NH<sub>4</sub>OH 2 mol L<sup>-1</sup>. Transfira para Becker de 250 mL cubra com filme plástico e aguarde por 1 min.

Coloque o cilindro de papel no béquer, cubra o Becker com o filme plástico, 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 Becker. Remova os grampos e deixe-o secar naturalmente na capela.

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

#### 4.1.1 Estudo da composição da fase móvel sobre a separação dos pigmentos da tinta de caneta hidrocor

Repita todo procedimento 4.1, mas utilizando como fase móvel uma mistura binária etanol:NH<sub>4</sub>OH 2 mol L<sup>-1</sup> (1:1) de volume final de 20 mL.

## 4.2 Separação de cátions metálicos

Meça no Becker o tamanho aproximado do papel antes de cortá-lo (idem Figura 1A). Utilizando uma régua, trace uma linha reta com um lápis a 1,5 cm da extremidade inferior do papel.

Faça pequenos pontos (Figura 2) com as soluções dos íons metálicos e com a solução desconhecida, usando um tubo capilar (um capilar para cada solução), e identifique com o nome do metal usando lápis. Para a mistura coloque um a um os cátions, sempre esperando secar o solvente antes do próximo.

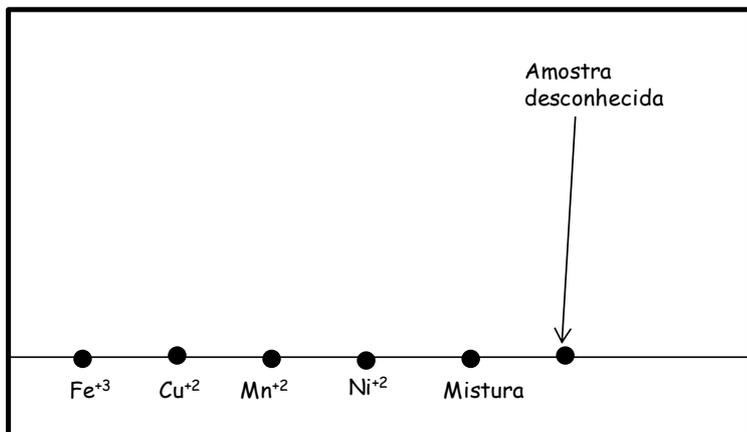


Figura 2: Cromatograma de cátions metálicos, 3,5:12,5 acetona:HCl (6 mol L<sup>-1</sup>).

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 (3,5 mL de HCl 6 mol L<sup>-1</sup>/ 12,5 mL de acetona).

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

Quando a linha do solvente atingir aproximadamente 1 cm antes da extremidade superior no papel, remova-o do becker.

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 um becker (na capela química com o exaustor ligado) que contém NH<sub>4</sub>OH 6 mol L<sup>-1</sup> 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 processa devido reações entre os cátions com moléculas de amônia (NH<sub>3</sub>).

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<sub>f</sub>.

### 4.2.1 Estudo da composição da fase móvel sobre a separação dos cátions metálicos

Repita todo procedimento 4.2, mas utilizando como fase móvel apenas solução HCl 6 mol L<sup>-1</sup> de volume final de 15 mL.

## 5. Resultados

Tabela 1: Pigmentos ou manchas (Fase móvel 1:1:1 butan-1-ol:etanol:NH<sub>4</sub>OH 2 mol L<sup>-1</sup>)

Frente do solvente, S= _____ mm												
Caneta	Cor	C (mm)	R <sub>f</sub>									
Roxo												
Vermelho												
Azul												
Amarela												
Verde												
Marrom												
Preta												

Tabela 2: Cromatografia dos íons metálicos (Fase móvel 1:1 acetona:HCl 6 mol L<sup>-1</sup>)

Solução	Íon	Após a 1ª secagem	Após revelação com NH <sub>3</sub>	Após a 2ª secagem	C (mm)	R <sub>f</sub>
1	Fe <sup>+3</sup>					
2	Cu <sup>+2</sup>					
3	Mn <sup>+2</sup>					
4	Ni <sup>+2</sup>					
Mistura	Fe <sup>+3</sup>					
	Cu <sup>+2</sup>					
	Mn <sup>+2</sup>					
	Ni <sup>+2</sup>					
Desconhecida						

## 6. Questionário

- a) Através dos cromatogramas que você obteve:
- Indique quais os pigmentos que constituem a cor preta.
  - Que pigmentos, se existirem, estão presentes na tinta da caneta marrom e preta e não estão em nenhuma das outras tintas?
  - Calcule o R<sub>f</sub> para cada pigmento que compõe a tinta da caneta hidrocor.
- b) Calcule o R<sub>f</sub> para cada íon metálico, a partir do cromatograma obtido. Qual a composição da amostra desconhecida?
- c) Os valores do R<sub>f</sub> de compostos polares tenderiam a aumentar ou a diminuir com o aumento da polaridade do solvente? Justifique a sua resposta.
- d) Se em um cromatograma, 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<sub>f</sub> correspondente a cada íon seria diferente? Justifique a resposta.
- e) Por que é conveniente fazer manchas bem pequenas para a obtenção de um cromatograma?
- f) a) Quais os fatores envolvidos na separação de uma mistura de compostos por cromatografia em papel?
- g) Comente o efeito da ausência do butan-1-ol na separação das tintas de caneta, e ausência de acetona na separação dos cátions metálicos sobre os valores de R<sub>f</sub>.
- h) Sugira como tratar ou recuperar os resíduos de fase móvel e como tratar os metais pesados?

## 7. Referências

COLLINS, C.H., BRAGA, G.L., BONATO, P.S. **Fundamentos de cromatografia**. Campinas: Editora da UNICAMP, 2006. 452p.

Experiência 05: Cromatografia em papel. UFSC - Departamento de Química QMC 5119 - Introdução ao Laboratório de Química - 2015.1. Disponível em: <[http://qmcbasica.paginas.ufsc.br/files/2014/08/EXPERIENCIA\\_cromatografia.pdf](http://qmcbasica.paginas.ufsc.br/files/2014/08/EXPERIENCIA_cromatografia.pdf)>. Acesso em: 14 set. 2018.