## *PRÁTICA 08*

## *CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA DE SÍLICA*

***Objetos***: separar, identificar, purificar e dosar misturas moleculares.

***Materiais*:** Placas de vidro comum, cubas cromatográficas, capilares de vidro, béqueres de 50 mL e provetas de 50 mL.

***Reagentes*:** solventes e compostos orgânicos.

***Aspectos Teóricos***

A cromatografia tem sido definida, em princípio, como um processo de separação que é utilizado essencialmente para a separação e identificação de misturas moleculares, bem como para purificação e dosagem das mesmas. O processo se baseia na redistribuição das moléculas da mistura entre duas ou mais fases. A distribuição se passa entre uma fase estacionária (suporte) e um fluido móvel (eluente) que está em contato íntimo com ela. Trataremos apenas de aspectos selecionados da cromatografia em camada delgada de sílica (cromatoplacas).

***Cromatografia de Partição***: Na cromatografia em camada delgada de sílica o suporte é a sílica (rede tridimensional composta de átomos de Si e O com fórmula molecular $SiO_2$). A técnica simplificada da cromatografia de partição em camada delgada de sílica consiste em aplicar (com o auxílio de um capilar) uma solução, contendo a mistura a ser analisada, próximo à extremidade da placa de vidro contendo o suporte sílica com 8,0 cm de comprimento e 3,0 cm de largura (Figura 1a). Deposita-se então, a cromatoplaca com a amostra adsorvida, dentro da câmara cromatográfica (previamente saturada com o vapor do eluente) (Figura 1b). O eluente passa, por ação de capilaridade, sobre a mancha (amostra adsorvida na sílica) (Figura 1a) arrastando os componentes com velocidades diferentes. Os componentes a separar sofrem uma partição entre a fase sólida suportada numa matriz inerte de sílica e o solvente orgânico usado numa fase móvel (Figura 1c).

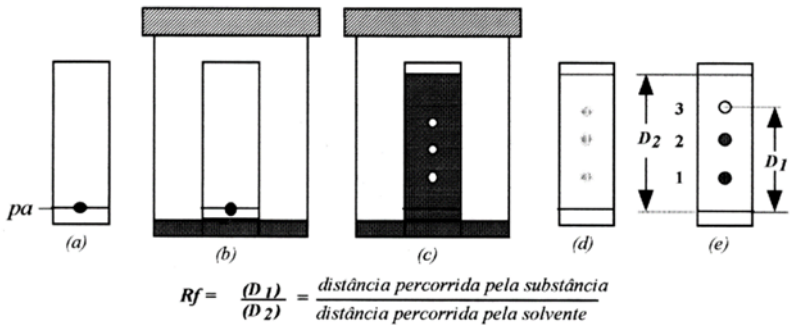


**Figura 1.** Cromatoplacas. (a) Preparada para separação; (b) no instante inicial após ser introduzida na cubra cromatográfica; (c) após o eluente percorrer a placa por capilaridade e (d) fora da cubra cromatográfica para aferir as distâncias percorridas pelas amostras e pelo eluente ($R_f$).

O valor de $R_f$ ("fator de retenção") mede a distância percorrida pelo eluente em relação à distância percorrida pela substância. Os valores de $R_f$ devem ser menor do que a unidade. Quando este for igual a zero, conclui-se que a substância não se deslocou, quando for igual a unidade, conclui-se que a mesma se moveu junto com o solvente. Para

ambos os casos, a escolha do eluente não foi apropriada, devendo-se procurar então um novo eluente ou uma nova mistura eluente.

Muitas das substâncias separadas por este processo não são coloridas (Figura 1d). A cor pode ser desenvolvida momentaneamente (para determinados compostos) por exposição do sistema à luz ultravioleta (fluorescência). Pode-se também converter tais substâncias incolores a derivados coloridos quando o sistema é pulverizado com um reagente apropriado (sulfato cérico, ninidrina, cloreto férrico, entre outros) ou expondo a cromatoplaca a atmosfera saturada com $I_{2(s)}$.

***Procedimentos:***

***Separação dos componentes de uma mistura:*** Com um tubo capilar, aplicar a 1,0 cm de altura em relação à extremidade inferior da placa cromatográfica uma gota da mistura em questão.

**Cuidado para que a mancha formada não ultrapasse o diâmetro de 3 mm, deixando secar a primeira gota antes de colocar a segunda. Levar o sistema para a eluição dentro da câmara cromatográfica, contendo o eluente adequado. O nível de eluente deve estar abaixo do nível das manchas na placa.**

Deixar o eluente subir até a demarcação superior da placa. Retirar a placa depositando-a sobre a bancada para secar. Observar e marcar levemente as manchas, anotar os resultados. Calcule os valores de $R_f$. Se as manchas forem incolores, levar o sistema para a exposição à luz ultravioleta, ou câmara de iodo, observar e marcar as manchas reveladas.

***Questões***:

1- Calcule os valores de $R_f$ para cada uma das substâncias reveladas nas placas cromatográficas e compare com o valor obtido pelos demais grupos.