



**Reveladores Quimicamente Ativos  
para Cromatografia em Camada Delgada (CCD)**

**Objetivo:** Aplicar o conceito de reveladores quimicamente ativos como alternativa à luz ultravioleta para visualização dos resultados da técnica de Cromatografia em Camada Delgada (CCD).

**Materiais:**

Reagentes		Vidraria	
Nome / CAS	Quantidade	Bandeja (Fornecida)	Armário (Aluno)
Acetato de Etila / (141-78-6)	10 mL	Placa de CCD com Fluoresceína 2x5 cm (09)	Béquer 100 mL (01)
Hexano / (110-54-3)	10 mL	Papel de filtro 5x10 cm (01)	Vidro de relógio (01)
<i>p</i> -metóxi-Acetofenona (AP) / (100-06-1)	1 mL Solução em AcOEt (1 mg/mL)	Béquer 100 mL (01)	Proveta 10 mL (01)
<i>p</i> -nitro-Anilina (NA) / (100-01-6)	1 mL Solução em AcOEt (1 mg/mL)	Vidro de relógio (01)	Pinça (01)
Benzilamina (BA) / (100-46-9)	1 mL Solução em AcOEt (1 mg/mL)	Manta de Aquecimento	
Solução Reveladora de <i>p</i> - Anisaldeído / (123-11-5)	1 por capela	Luvas (1 par)	
Solução Reveladora de Vanilina / (121-33-5)	1 por capela		
Câmara Reveladora de Iodo em SiO <sub>2</sub> / (7553-56-2)	1 por capela		
Solução Reveladora de Ninidrina / (485-47-2)	1 por capela (Borrifador)		
Solução Reveladora de KMnO <sub>4</sub> / (7722-64-7)	1 por capela		
Solução Reveladora de Ácido Fosfomolibdico / (51429-74-4)	1 por capela		

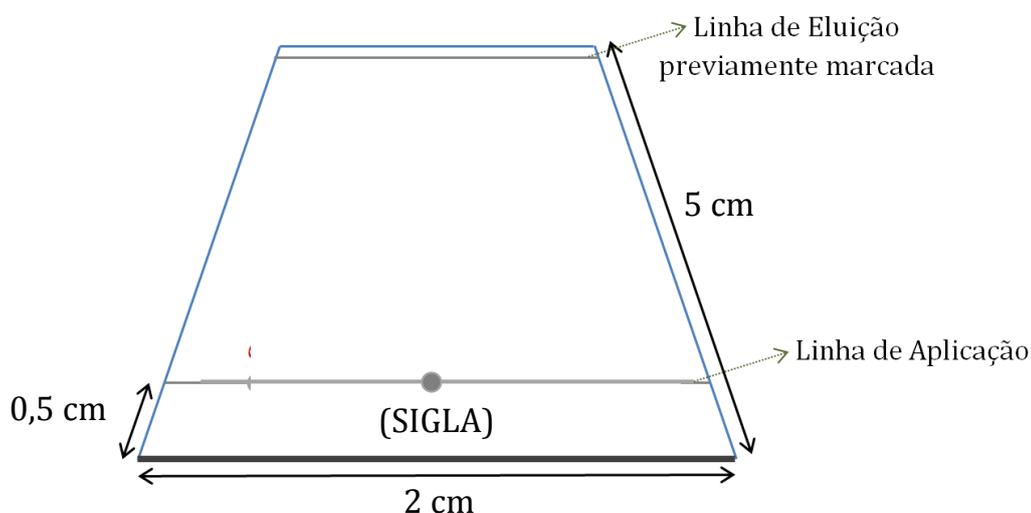
Outros Materiais
Lâmpada UV Capilares Descarte de Líquidos Orgânicos

## Procedimento Experimental:

**Etapa 1.** Estudo de visualização de visualização de compostos com seis reveladores quimicamente ativos:

### Porcedimentos Gerais – Aplicação, Eluição e Revelação Quimicamente Inativa com Luz UV:

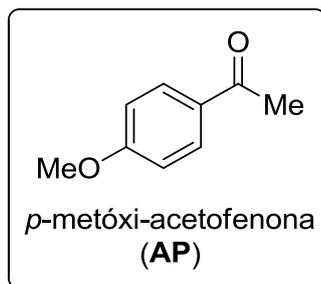
Em uma placa de CCD de sílica contendo fluoresceína (2 x 5 cm), marcar com lápiz ou grafite a linha de aplicação e a linha de eluição. Marcar um ponto central na linha de aplicação e identificar com a sigla da amostra desejada (AP, BA ou NA) (Figura 1).



**Figura 1.** Esquema de uma placa de CCD utilizada para os experimentos desta aula.

Mergulhar o capilar no *ependorf* identificado com a sigla da amostra de interesse e aplicar na placa (no ponto central) três vezes, lembrando de esperar o solvente secar entre uma aplicação e outra. Em uma proveta de 10 mL, preparar 5 mL da fase móvel contendo Hexano (Hex) e Acetato de etila (AcOEt) na proporção 1:1 (v/v). Verter a fase móvel no béquer de 100 mL contendo o papel de filtro próximo à parede (não esqueça de embeber o papel de filtro na fase móvel, a atmosfera dentro do béquer deve estar saturada de solventes para que a placa de CCD elua) e tampar com o vidro do relógio. Transferir a placa com a amostra aplicada para o béquer contendo a fase móvel e retampar o mesmo com o vidro de relógio. Esperar a fase móvel eluir até a linha de eluição e rapidamente remover a placa do béquer, lembrando de não mover o béquer e nem deixá-lo destampado (a fase móvel é bastante volátil). O mesmo béquer e a mesma fase móvel serão utilizados em todas as etapas de eluição, se necessário preparar mais fase móvel ao longo da aula. Realizar a visualização do composto por luz UV e marcar a mancha com um círculo usando lápiz ou grafite.

## 1.1. Experimentos com a **p**-metóxi-acetofenona (AP):



### 1.1.1. Revelação da **p**-metóxi-acetofenona (AP) com solução reveladora de **p**-anisaldeído:

Realizar o procedimento de aplicação, eluição e visualização quimicamente inativa, utilizando como amostra o *eppendorf* identificado como AP.

#### Revelação Quimicamente Ativa:

Com muito cuidado, mergulhar a placa eluída e visualizada por Luz UV dentro da solução reveladora de **p**-anisaldeído (capela). Escorrer o excesso de solução reveladora dentro do frasco da mesma. Com muito cuidado, encostar a parte metálica da placa sobre a manta de aquecimento. Após alguns segundos, a reação ocorrerá e o produto será revelado. Após atingir a temperatura ambiente, registrar os dados da plaquinha no caderno de laboratório para discutir os resultados (cor,  $R_f$  etc.).

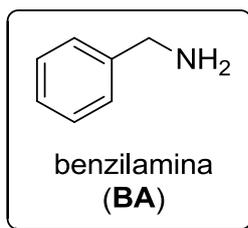
### 1.1.2. Revelação da **p**-metóxi-acetofenona (PA) com solução reveladora de vanilina:

Realizar o procedimento de aplicação, eluição e visualização quimicamente inativa, utilizando como amostra o *eppendorf* identificado como AP.

#### Revelação Quimicamente Ativa:

Com muito cuidado, mergulhar a placa eluída e visualizada por Luz UV dentro da solução reveladora de **vanilina** (capela). Escorrer o excesso de solução reveladora dentro do frasco da mesma. Com muito cuidado, encostar a parte metálica da placa sobre a manta de aquecimento. Após alguns segundos, a reação ocorrerá e o produto será revelado. Após atingir a temperatura ambiente, registrar os dados da plaquinha no caderno de laboratório para discutir os resultados (cor,  $R_f$  etc.).

## 1.2. Experimentos com a **benzilamina (BA)**:



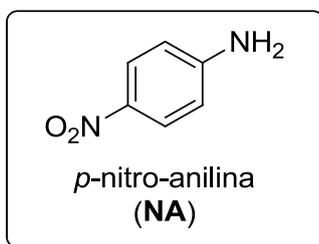
### 1.2.1. Revelação da **benzilamina (BA)** com solução reveladora de **ninidrina**:

Realizar o procedimento de aplicação, eluição e visualização quimicamente inativa, utilizando como amostra o *eppendorf* identificado como **BA**.

#### **Revelação Quimicamente Ativa:**

Com o uso de luvas, borrifar a placa eluída e visualizada por Luz UV com a solução reveladora de **ninidrina** (capela). Com muito cuidado, encostar a parte metálica da placa sobre a manta de aquecimento. Após alguns segundos, a reação ocorrerá e o produto será revelado. Após atingir a temperatura ambiente, registrar os dados da plaquinha no caderno de laboratório para discutir os resultados (cor,  $R_f$  etc.).

## 1.3. Experimentos com a **p-nitro-anilina (NA)**:



### 1.3.1. Revelação da **p-nitro-anilina (NA)** com câmara reveladora de **I<sub>2</sub> em sílica**:

Realizar o procedimento de aplicação, eluição e visualização quimicamente inativa, utilizando como amostra o *eppendorf* identificado como **NA**.

#### **Revelação Quimicamente Ativa:**

Rapidamente, colocar a placa eluída e visualizada por Luz UV dentro da câmara de revelação contendo **I<sub>2</sub> em sílica** (capela). Após cerca de 30 segundos, a impregnação ocorrerá e o produto será revelado. registrar os dados da plaquinha no caderno de laboratório para discutir os resultados (cor,  $R_f$  etc.).

### 1.3.2. Revelação da **p-nitro-anilina (NA)** com solução reveladora de **KMnO<sub>4</sub>**:

Realizar o procedimento de aplicação, eluição e visualização quimicamente inativa, utilizando como amostra o *eppendorf* identificado como **NA**.

#### **Revelação Quimicamente Ativa:**

Com muito cuidado e utilizando luvas, mergulhar a placa eluída e visualizada por Luz UV dentro da solução reveladora de **KMnO<sub>4</sub>** (capela). Escorrer o excesso de solução reveladora dentro do frasco da mesma. Com muito cuidado, encostar a parte metálica da placa sobre a manta de aquecimento. Após alguns tempo, a reação ocorrerá e o produto será revelado. Após atingir a temperatura ambiente, registrar os dados da plaquinha no caderno de laboratório para discutir os resultados (cor,  $R_f$  etc.).

### 1.3.3. Revelação da **p-nitro-anilina (NA)** com solução reveladora de **ácido fosfomolibdico (PMA)**:

Realizar o procedimento de aplicação, eluição e visualização quimicamente inativa, utilizando como amostra o *eppendorf* identificado como **NA**.

#### **Revelação Quimicamente Ativa:**

Com muito cuidado, mergulhar a placa eluída e visualizada por Luz UV dentro da solução reveladora de **PMA** (capela). Escorrer o excesso de solução reveladora dentro do frasco da mesma. Com muito cuidado, encostar a parte metálica da placa sobre a manta de aquecimento. Após alguns segundos, a reação ocorrerá e o produto será revelado. Após atingir a temperatura ambiente, registrar os dados da plaquinha no caderno de laboratório para discutir os resultados (cor,  $R_f$  etc.).

## **Etapa 2.** Estudo de uma **amostra problema (P)** utilizando o conceito de reveladores quimicamente ativos:

Realizar o procedimento de aplicação, eluição e visualização quimicamente inativa, utilizando como amostra o *eppendorf* identificado como **P**.

Comparar o(s)  $R_f$ (s) da amostra problema, derivado da visualização com luz UV, com os resultados obtidos na **Etapa 1**. Com o  $R_f$  determinado, reaplicar a amostra problema ao lado do composto estudado na **Etapa 1** que você acredita compor amostra problema. Realizar o procedimento geral de eluição. De acordo com o resultado da visualização por luz UV, utilizar o método de revelação quimicamente ativa que julgar apropriado. Registrar os dados da plaquinha no caderno de laboratório para discutir os resultados, justificando os mesmos com conceitos de métodos reveladores quimicamente inativos e ativos.