

Experimento 1 – Troca Iônica

Separação dos íons Co^{2+} e Cu^{2+}

1. Objetivo

O principal objetivo deste experimento será separar os íons Cu^{2+} e Co^{2+} por cromatografia de troca iônica e construir o cromatograma correspondente à separação usando espectrofotometria na região do VIS.

2. Materiais e reagentes

- Bureta de 10 mL (1)
- Suporte universal (2)
- Garra para bureta (2)
- Pipeta de Pasteur (2)
- Béquer de 50 mL (2)
- Espectrofotômetro (2)
- Par de cubetas (1).
- Tubos de ensaio de capacidade 3 mL (24)
- Resina Troca Iônica Dowex 50WX4-200- Sigma/Aldrich;
- Amostra: Soluções de concentração $0,05 \text{ mol. L}^{-1}$ de $\text{CuSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ e $0,1 \text{ mol. L}^{-1}$ de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Solução tampão citrato de sódio/ácido cítrico $0,2 \text{ mol/L}$ $\text{pH}=5,5$;
- Solução tampão citrato de sódio/ácido cítrico $0,2 \text{ mol/L}$ $\text{pH}=3,5$; (contendo $\text{NaCl } 0,3 \text{ mol/}$)

3. Procedimento Experimental

3.1. Preparo da coluna cromatográfica

Para o preparo da coluna cromatográfica, pesar aproximadamente 10g de resina íon-exchange resin Dowex 50WX4-200 hydrogen form (Sigma-Aldrich), transferir para um béquer e lavar com 100 mL de água deionizada durante 2 minutos. Descartar o sobrenadante e repetir este procedimento de lavagem mais duas vezes. Adicionar 50 mL da solução tampão citrato de sódio/ácido cítrico $0,20 \text{ mol. L}^{-1}$ de $\text{pH}= 5,5$ ao béquer que continha a resina e reservar.

Utilizando uma bureta de 10 mL, adicionar uma pequena porção de lã de vidro em sua extremidade, percolar um pouco da solução tampão para a fixação da lã no fundo da bureta (acima da torneira) e em seguida, adicionar 10 mL da solução tampão na bureta.

Em seguida, transferir à bureta a solução que continha resina. Adicionar pouco a pouco, agitando constantemente o béquer, de modo que toda a resina fique suspensa para ser transferida à coluna. Controlar a vazão para 1,0 mL/min (20 gotas correspondem a ~1 mL). Nunca deixe a coluna secar.

O preparo da coluna será previamente realizado pelo técnico.

3.2. Aplicação e eluição da amostra

Adicionar à coluna cromatográfica, com o auxílio de uma micropipeta, 0,5 mL da amostra contendo os íons Co^{2+} e Cu^{2+} . Ao aplicar a amostra, o nível do tampão deve estar pouco acima da resina, aproximadamente 2 mm. ESTA ETAPA DEVE SER FEITA CUIDADOSAMENTE PARA NÃO REVOLVER A RESINA. Após a amostra adentrar na resina, iniciar a eluição dos analitos utilizando a solução tampão de pH 5,5.

Coletar as alíquotas de 2,0 mL em tubos de ensaio identificados (2,4, 6, mL) para posterior análise no espectrofotômetro.

Cada alíquota deverá ser analisada nos comprimentos de ondas de 510 nm e 680 nm. Utilizar a solução tampão como branco de referência.

O mesmo procedimento deverá ser realizado utilizando tampão citrato de sódio/ácido cítrico 0,20 mol. L⁻¹ de pH 3,5 (contendo NaCl 0,3 mol/L).

IMPORTANTE: a coluna cromatográfica NUNCA deverá ficar sem solução, para que esta não resseque.

3.3. Análise espectrofotométrica dos cátions

Fazer as leituras das absorvâncias de todas as frações recolhidas, utilizando o tampão citrato como branco.

A absorção em 510 nm para o íon Co^{2+} e em 680 nm para o íon Cu^{2+} .

4. Tratamento dos resultados

Montar uma tabela com os valores de absorvância obtidos para cada comprimento de onda e para cada um dos valores de pH;

Construir cromatogramas com os valores de absorvância obtidos em função das diferentes frações e discutir os resultados.

5. Questões

1) Um exemplo clássico da aplicação da cromatografia líquida por troca iônica é a separação do níquel, manganês, cobalto, cobre, ferro e zinco utilizando-se uma coluna de troca aniônica. A eluição foi realizada com HCl em concentrações, que variaram de 12,0 a 0,005 mol L⁻¹. A Figura 1 abaixo ilustra essa separação:

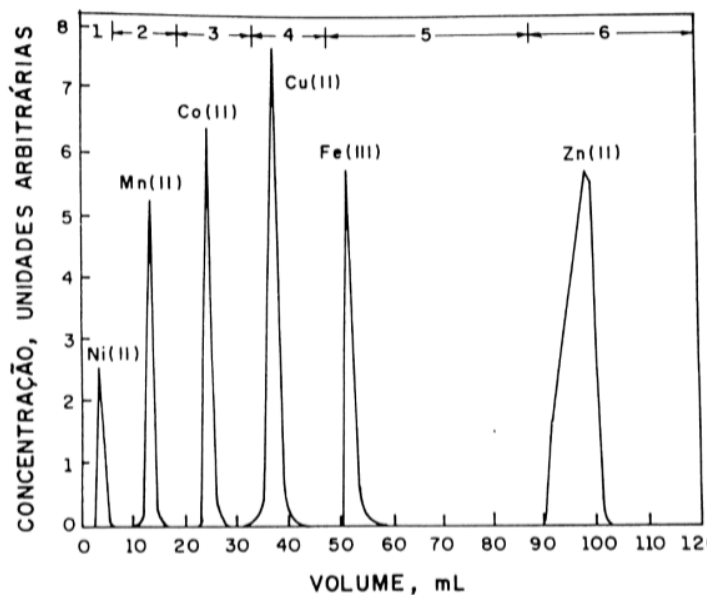


Figura 1. Separação de metais de transição (Mn a Zn) a concentrações variáveis de HCl. Coluna Dowex 1,26 x 0,29 cm, operada a uma vazão de 30 mL h⁻¹. Concentrações de HCl: 1 = 12 mol L⁻¹; 2 = 6 mol L⁻¹; 3 = 4 mol L⁻¹; 4 = 2,5 mol L⁻¹; 5 = 0,5 mol L⁻¹; 6 = 0,005 mol L⁻¹.

a) Explique a ordem de eluição dos cátions

6. Bibliografia

COLLINS, C.H.; BRAGA, G.L.; BONATO, P.S. Fundamentos de Cromatografia. Editora da Unicamp, Campinas-SP, 2006.