

Uso de Reações On-Pot em Cromatografia em Camada Delgada.

Vanessa R. Campos (IC), Lidiam M. Leandro (PG), Priscilla A. Oliveira (PG), Valdir F. Veiga Jr* (PQ)

Laboratório de Pesquisas de Biomoléculas da Amazônia (Q-Bioma), Departamento de Química, ICE, Universidade Federal do Amazonas, Coroado, 96077-000 Manaus, AM.

*valdirveiga@ufam.edu.br

Palavras Chave: Reações On-Pot, CCD, α - β amirina, colesterol, desidratação, oxidação.

Introdução

A Cromatografia em camada delgada (CCD) é a técnica de escolha para o acompanhamento de reações orgânicas, sendo também muito utilizada para a purificação de substâncias e para a identificação de frações coletadas em cromatografia líquida clássica¹. No ensino da CCD em graduação destaca-se a fase normal e as diferenças de fator de retenção (R_f) com a polaridade das substâncias analisadas.

As reações On-Pot visam a detecção de determinadas classes de compostos através de reações realizadas (usualmente) em placas de toque, em pequena escala. A junção de técnicas de reação On-Pot com CCD é pouco utilizada e não foi observada na literatura química recente.

Um dos aspectos muito abordados no ensino de reações em química orgânica é a diminuição de escala e, com ela, a diminuição de riscos de incêndios e intoxicações, assim como menor custo das práticas, o que pode ser plenamente alcançado com a técnica proposta neste trabalho.

A técnica de Reação On-Pot com análise por CCD consiste na inserção de substratos e reagentes na placa cromatográfica, permitindo que a reação ocorra na própria placa e o seu resultado seja avaliado sem a necessidade de separação ou isolamento dos produtos.

Foram utilizados como substratos: colesterol e uma mistura de α - β amirina. Para as reações de desidratação foi utilizada solução de H_2SO_4 10% e para a reação de oxidação solução de $KMnO_4$ 1%, inseridas diretamente na placa cromatográfica juntamente com os substratos.

Resultados e Discussão

Utilizou-se placas de CCD em fase normal, com base de alumínio, nas dimensões de 5 x 5 cm cada. As amostras foram aplicadas com o auxílio de um capilar calibrado. Em cada placa foram feitos três "spots" seguidos, denominados A, B e C separados por aproximadamente 1,25 cm. No "spot" A foi aplicada a solução do substrato. No "spot" B foi aplicada a solução do substrato e o reagente específico de cada reação. No "spot" C foi aplicado apenas o reagente específico, conforme figura 1.

As proporções dos substratos e dos reagentes para cada reação é apresentada na tabela 1.

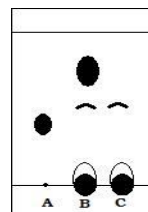


Figura 1. Exemplo de análise em CCD.

Após a aplicação das amostras e dos reagentes, as placas foram desenvolvidas normalmente (eluente está descrito na tabela 1). As placas foram reveladas borrifando uma solução de sulfato cérico, seguido de aquecimento até o aparecimento das manchas.

Tabela 1. Proporções dos substratos e reagentes e Eluentes utilizados nas reações.

Reação		Proporção (substrato: reagente)	Eluente
Desidratação	α - β	6:1	Hex/AcOEt 8:2
	colesterol	14:1	
Oxidação		4:1	Hex/AcOEt 6:4

O aparecimento de um novo spot sugere a formação do produto da reação, assim como o desaparecimento do spot do substrato sugere o seu consumo. Os R_f 's de cada substrato e produto foram calculados. As reações em CCD foram repetidas em placas preparativas, confirmando-se os produtos obtidos por Espectrometria de Infravermelho.

Conclusões

Essa técnica apresenta-se como uma alternativa para o ensino de CCD com concomitante detecção de grupos funcionais, e por ser rápida e ter baixo custo pode perfeitamente ser utilizada em práticas de química orgânica experimental. O uso de uma fração da quantidade de material usualmente necessário para as reações é outra vantagem desta técnica que outras reações com novos substratos avaliarão para uso mais extenso.

Agradecimentos

Os autores agradecem: Capes, Fapeam e CNPq.

¹ Degani, A. L., Cass, Q. B., Vieira, P.C.; Química Nova na Escola.1998, 7, 21