

SULFATO CÉRICO DE BAIXO CUSTO COMO REVELADOR CROMATOGRÁFICO

Osvaldo A. Serra, Ieda L. V. Rosa

Departamento de Química, Laboratório de Terras Raras, FFCLRP-USP (Ribeirão Preto, 14.049 – São Paulo)

Vitor F. Ferreira¹, Takeko Nakamura

Instituto Nacional de Tecnologia, Divisão de Produtos Naturais (UPSQ 20.081, Rio de Janeiro)

Recebido em 17/07/90

A low cost ceric sulphate solution obtained from rare earths concentrate was used as spraying agent in thin layer chromatography. The results indicated that this developing agent has the same quality as the one obtained from the commercial sources.

O sucesso de uma cromatografia depende do método de localização das substâncias separadas². Os processos de detecção podem ser físicos ou químicos, e sua escolha depende da estrutura química das substâncias em análise. Em cromatografia de camada delgada substâncias coloridas são localizadas visualmente. Porém, substâncias incolores para serem observadas necessitam de um "revelador".

Os reveladores mais comuns utilizados nesta técnica são: vapor de iodo, ninidrina, naftoresorcinol, ácido sulfúrico, sulfato de amônio, sulfato cérico e outros. Dentre estes o iodo e o sulfato cérico são os mais utilizados. Este último apesar de sua maior abrangência, é menos utilizado devido ao custo mais elevado. O iodo resublimado custa aproximadamente US\$ 100/kg, enquanto que o sulfato cérico custa cerca de US\$ 300,00/kg⁴.

Cloreto de terras raras, proveniente da monazita, e comercializado pela Nuclemon^{5,6}, custa alguns dólares o quilograma e possui cerca de 50% em Cério. Este cloreto é facilmente transformado em sulfato cérico de pureza maior que 90%, sendo o restante constituído de outras terras raras (principalmente o Lantânio). Em princípio estes metais não devem interferir no processo oxidativo de revelação cromatográfica.

No sentido de tornar viável a utilização desse sulfato cérico de baixo custo, utilizou-se o mesmo no processo de revelação de várias substâncias orgânicas, analisadas por cromatografia em camada delgada. As substâncias analisadas foram açúcares, derivados indólicos, tiofenóis, glicosídeos, amidos, nitrilas e outras. Os resultados obtidos nas comatografias, não mostraram diferenças significativas, quando comparadas aos obtidos com revelador preparado com sulfato cérico Merck.

Conclusão: Solução de sulfato cérico é amplamente utilizada como revelador nos laboratórios de química orgânica. Os gastos com esse revelador, em todo o país, devem ser bastante elevados, pois esse material é na sua maioria importado. Com este procedimento é possível obter-se um revelador de um custo bem menor, disponível no país e que apresenta a mesma eficiência que o material importado.

EXPERIMENTAL

As experiências cromatográficas de comparação entre os reveladores comerciais e o obtido por nós, foram feitas em cromatoplasmas de silicagel Merck (art. 5715) com 0,25 mm de espessura, que foram cortadas em lâminas de 3 x 8 cm. Os

solventes utilizados como eluentes eram P. A. e utilizados sem destilação prévia. O hipoclorito de sódio utilizado foi adquirido em lojas de materiais para piscinas sendo diluído e filtrado antes de ser utilizado. Seu teor de cloro variava em torno de 8% de cloro ativo.

PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO DE SULFATO CÉRICO

Aproximadamente 40 g de cloreto de terras raras, adquirido do Nuclemon, foram dissolvidos em 200 ml de água destilada e após adicionados 3 ml de H₂SO₄ conc. A esta solução, sob forte agitação, foram adicionados em pequenas porções, 400 ml de uma solução de hipoclorito de sódio (contendo cerca de 4% de cloro ativo). Durante o processo de adição do hipoclorito, o pH da solução foi cuidadosamente mantido em 3,3 ± 0,1 (com HCl ou NH₄OH ~ 1M). Após a adição do hipoclorito, a suspensão foi mantida sob forte agitação, cerca de 30 min, controlando-se o pH até sua estabilização em 3,3 ± 0,1⁷. A suspensão foi filtrada por gravidade através de papel S&S 289³ (faixa azul), ou equivalente. O precipitado, constituído principalmente por Ce(OH)₄, foi lavado com solução diluída de ácido sulfúrico (pH 3,3) até teste negativo de Cl⁻ com AgNO₃. O material foi então dissolvido em 1 litro de H₂SO₄ 1M e utilizado diretamente como revelador⁸. As terras raras contidas no filtrado (~ 40% La, 35% Nd, 8% Pr, 5% Sm etc.) poderão ser separadas individualmente por cromatografia de troca iônica⁹ ou enviado ao laboratório de Terras Raras da F.F.C.L.R.P. - USP em Ribeirão Preto.

REFERÊNCIAS E NOTAS

1. Endereço atual: Universidade Federal Fluminense, Dept^o de Química Orgânica- GQO, Campus do Valonguinho, 24.020, Niterói, RJ.
2. Collins, C. H.; Braga, G. L.; "Introdução a Método Cromatográfico", Ed. Unicamp, São Paulo (1987), p. 66.
3. May, A. R.; "Cromatografia em Camada Delgada", Ed. Univ. F. Paraná, Curitiba (1965), p. 42.
4. Preço obtido diretamente do catálogo da Aldrich Co. Porém seu custo de compra no mercado nacional é três vezes maior.
5. Nuclemon - Rua Princesa Isabel, 46, 04061 - São Paulo, SP - Fone (011) 532-0244.
6. Este material pode ser adquirido da Sardi em embalagens de 200 g ao preço de ~US\$ 5.00.
7. Deve-se evitar que o pH fique abaixo desse valor para que não dissolva os hidróxidos trivalentes.
8. Esta solução terá uma concentração de aproximadamente 2% em sulfato cérico.
9. Serra, O. A.; Tintas e Vernizes, (1971), 68, 28.