

SEPARAÇÃO DE CÁTIOS DE AMOSTRAS VEGETAIS PELA
CROMATOGRAFIA EM PAPEL E EM CAMADA DELGADA

JAIRO OSVALDO GAZETTA (Faculdade de Ciências
Agrárias e Veterinárias, Departamento de Tecnologia,
UNESP / Campus de Jaboticabal - SP).

JOSÉ ZUANON NETTO (Instituto de Química,
Departamento de Química Analítica, UNESP / Campus de
Araraquara - SP)

ABSTRACT

SEPARATION OF CATIONS COMPRISED IN VEGETAL SAMPLES BY PAPER AND THIN LAYER CHROMATOGRAPHY. Different chromatographic systems on paper and microcrystalline cellulose thin layer were studied with the purpose of selecting those suitable to provide isolation of some inorganic cations comprised in vegetal samples, for future applications on quantitative and/or semiquantitative analysis. The experiments carried out led to chromatographic systems which were able to separate Ca^{2+} , Fe^{3+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} and Mn^{2+} ions.

INTRODUÇÃO

A cromatografia em papel e em camada delgada são técnicas muito interessantes devido à simplicidade e disponibilidade dos materiais e equipamentos, bem como à rapidez e sensibilidade que oferecem.

Na análise qualitativa, quanto mais isolado no cromatograma estiver determinado íon, mais fácil e segura será a sua identificação. Além disso, visando uma análise quantitativa, ou mesmo semi-quantitativa, é necessário que o íon de interesse esteja suficientemente separado dos demais. Com esta perspectiva, no presente trabalho pesquisou-se vários sistemas cromatográficos em papel ou em camada delgada de celulose microcristalina, com o objetivo de selecionar aqueles capazes de isolar cátions de interesse agropecuário, em amostras de material vegetal, para serem aplicados em futuras propostas de análise quantitativa e/ou semi-quantitativa.

MATERIAL E METODOS

Para o desenvolvimento do trabalho utilizou-se um conjunto espalhador regulável de 0 a 2 mm para preparar as cromatoplaças, cubas de vidro de 22 x 22 x 10 cm (Desaga), placas de vidro de 20 x 20 cm, celulose microcristalina (Merck), capilares de vidro e um ventilador de ar quente para secagem das soluções durante as aplicações. Para o preparo das fases móveis foram utilizados: 1-butanol (Merck), 1-propanol (Merck), etanol (Merck), metanol (Merck), metililecetona (Merck), ácido clorídrico (Merck) e ácido láctico (Baker).

Os testes foram baseados em alguns sistemas cromatográficos existentes (propostos por LONGO et alii ¹; LONGO ²; BETTI et alii ³), ou em outros constituídos por modificações ou combinações daqueles. Empregou-se desenvolvimentos simples, múltiplos e bidimensionais, ascendentes, em papel Watman n^o 1 para cromatografia ou em cromatoplaças de celulose microcristalina de 20 x 20 cm, com espessura de 250 micras. As referidas cromatoplaças, uma vez preparadas (25 g de celulose

microcristalina para 90 ml de água destilada) foram secas ao ar por cerca de três horas e ativadas em estufa a 105 °C por dez minutos. A seguir, com o auxílio de capilares de vidro, foram aplicados às mesmas, aproximadamente 3 µl/ml das soluções padrões (soluções aquosas a 0,1 % em relação ao cátion) de cloretos, nitratos ou sulfatos dos diferentes cátions e 10 µl das amostras a serem analisadas. As amostras de folhas de citrus ou de feijão guandu foram preparadas pela incineração do material em mufla à temperatura de 500 - 550 °C por 4 horas e 0,25 gramas das cinzas, assim obtidas, foram solubilizadas com 1,5 ml de HCl concentrado, com posterior diluição para 10,0 ml com água destilada. Para revelação, utilizou-se a nebulização com solução de alizarina a 0,08 % em etanol, seguida de exposição à vapores de amônia.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na tabela I estão apresentados os valores de Rf (relação entre a distância percorrida pelo cátion e a distância percorrida pela frente da fase móvel) obtidos com os diferentes sistemas cromatográficos que foram selecionados para isolar alguns cátions das amostras. A seguir, estão citados os cátions e as respectivas fases móveis com as quais puderam ser isolados, utilizando-se um único desenvolvimento: Ca^{2+} - Fase móvel n^o 1 (FM 1) = 1-butanol : HCl : metanol : água, na proporção volumétrica de 6:5:48:1, respectivamente. Para o Cu^{2+} , foi selecionada a fase móvel n^o 2 (FM 2) = 1-butanol : HCl : acetona : água (30:5:20:5); Mn^{2+} - Fase móvel n^o 3 (FM 3) = metililecetona : HCl (9:1); Fe^{3+} e Zn^{2+} - Fase móvel n^o 4 (FM 4) = 1-butanol : HCl 4M (3:1). Também foi possível separar adequadamente os cátions Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Fe^{3+} e Al^{3+} , simultaneamente, em um único cromatograma, utilizando-se as fases móveis FM 1 e FM 3 em desenvolvimentos sucessivos na mesma direção, percorrendo a distância de 10 e 15 cm, respectivamente e, a fase móvel n^o 5 (FM 5) = 1-propanol : Ácido láctico 5% (3:1), na direção perpendicular, percorrendo uma distância de 15 cm. Os resultados estão apresentados nas duas colunas da direita (Tabela I), sendo que os dois valores de Rf se referem à primeira e segunda direção de desenvolvimento, respectivamente.

CONCLUSÕES

Com as experiências desenvolvidas foi possível selecionar certos sistemas cromatográficos que são capazes de separar adequadamente alguns cátions de interesse e que apresentam boas perspectivas para serem aplicados em propostas de análise quantitativa e/ou semi-quantitativa.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- LONGO, A.; ZUANON NETTO, J.; HANAI, L. W. & JARDIM, G.S. An. Farm. Quím. S. Paulo, (1980), 20, 230.
- LONGO, A. Rev. Fac. Farm. Odont., Araraquara, (1967), 1, 5.
- BETTI, A.; SAGLIETTO, G. & MASIRONI, E. Ann. Univ. Ferrara, Sez., (1967), 5, 171. Apud. BRINKMAN, U.A.Th; DE VRIES, G. & KURODA, R. J.Chromatogr., Amsterdam, (1973), 85, 325.

TABELA I. Valores de Rf obtidos para diferentes cátions, oriundos de soluções padrões e de material vegetal (folhas de citrus) submetidos a diferentes sistemas cromatográficos.

Fases móveis	FM 1		FM 2		FM 3		FM 4		1 ^o Desenv. = FM 1 2 ^o Desenv. = FM 3 3 ^o Desenv. = FM 5	
	celulose microcrist.		celulose microcrist.		papel		celulose microcrist.		celulose microcristalina	
Fase esta- cionária	celulose microcrist.		celulose microcrist.		papel		celulose microcrist.		celulose microcristalina	
Solução	SP	AM	SP	AM	SP	AM	SP	AM	SP	AM
C	0,32	0,36	0,03	-	0,03	-	0,09	-	0,24a	0,30c
Ca^{2+}									0,31a	0,30c
Mg^{2+}	0,65	-	0,06	-	0,06	-	0,11	0,14	0,42	0,31c
Mg^{2+}									0,47	0,35c
Al^{3+}	0,70	-	0,06	-	0,04	-	0,09	-	0,47a	0,60
T									0,50a	0,60
I	0,72	-	0,40	0,40	0,75	0,74	0,21	0,20	0,81	0,44
Cu^{2+}									0,80	0,39
O	0,98	0,95	0,80	0,80	0,99	0,99	0,61	0,63	0,89	0,60
Fe^{3+}									0,93	0,54a
N	0,99	0,98	0,85	0,85	0,98	0,97	0,86	0,87	0,82	0,90
Zn^{2+}									0,87	0,88
S	0,62	-	0,08	-	0,73	-	0,10	-	0,81	0,32
Co^{2+}									0,80	0,25
Mn^{2+}	0,60	-	0,08	-	0,40	0,39	0,13	-	0,67	0,30a
Mn^{2+}									0,67	0,25c
Mancha devi- do a mais de um cátion.	-	0,55 0,80	-	0,00 0,23	-	0,12a	-	0,08a	0,06	0,25d
				ad					0,05a	0,23c

SP = Soluções padrões AM = amostra
a = mancha alongada c = mancha com cauda d = mancha difusa