

APLICAÇÃO DA SEMIMICROANÁLISE PARA A SEPARAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DE ÍONS, USANDO A TIOACETAMIDA COMO REVELADOR CROMATOGRÁFICO

Elene Marisa Pippi

Departamento de Química. Centro de Ciências Naturais e Exatas. UFSM. Santa Maria, RS.

RESUMO

Por cromatografia de partição em papel de filtro, foram separados com a fase móvel de isopropanol: água destilada: ácido nítrico 15M, os íons prata, chumbo e mercurioso. Os íons bismuto, cádmio, cobre e mercúrico foram separados com a fase móvel n- butanol: ácido clorídrico 3M.

A revelação dos cromatogramas foi feita com tioacetamida 1M e hidróxido de amônio p.a.

SUMMARY

PIPPI, E.M., 1982. Application of semi-microanalysis for the separation and identification of ions by the use of tioacetamide as a chromatograph developer. *Ciência e Natura* (4):33-36.

By chromatography partition under filter paper, the ions of Ag^+ , Pb^{2+} and Hg_2^{2+} were separated with the mobile fase of isopropyl alcohol, destiled water and nitric acid 15M. The ions of Bi^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} and Hg^{2+} were separated with mobile fase of n- butanol and chloridric acid 3M.

The developed chromatograms were makeded with tioacetamide 1M and ammonium hydroxy p.a.

INTRODUÇÃO

Dentre os métodos da semimicroanálise, a cromatografia de partição em papel de filtro, descrita por CONSDEN *et alli* (1) tem se destacado pela sua rapidez e segurança na separação dos íons.

O uso de reagentes orgânicos cada vez mais intenso e proveitoso, representa uma parte considerável nos métodos analíticos modernos, em especial nas técnicas de semimicroanálise e microanálise pela sua elevada sensibilidade. Entre estes reagentes citamos a tioacetamida que é recomendada por MENEZES (3) para a identificação e caracterização de metais, em escala de micro e semimicroanálise.

O presente trabalho teve como objetivo a preconização do uso da tioacetamida e hidróxido de amônio p.a. como revelador cromatográfico para íons de metais capazes de formar sulfetos.

MATERIAL E MÉTODO

As soluções dos Íons para serem cromatografadas foram preparadas de acordo com a Tabela I.

TABELA I. SOLUÇÕES UTILIZADAS PARA A SEPARAÇÃO DOS ÍONS.

GRUPO	ÍONS	SOLUÇÕES UTILIZADAS	OBSERVAÇÕES
Iº	Pb ²⁺	Nitrato de chumbo 0,01N	-
	Hg ₂ ²⁺	Nitrato de mercúrio (I) 0,05N	28,5g de nitrato de mer- cúrio(I) foram dissolvi- das em uma mistura de 0,3 ml de HNO ₃ 15M e 0,3ml de água destilada. Diluir a 1 litro. Juntar Hg em ex- cesso.
	Ag ⁺	Nitrato de Prata 0,01N	-
IIº	Bi ³⁺	Nitrato de bismuto 0,01N	4,85g de nitrato de bis- muto foram dissolvidas em 5ml de HNO ₃ 15M e di- luídas a 1 litro com água destilada.
	Cd ²⁺	Nitrato de cádmio 0,01N	-
		Nitrato de cobre 0,03N	-
		Nitrato de mercúrio (II) 0,01N	-

Dentre as diversas fases móveis recomendadas por LEDERER & LEDERER (2) usamos as que seguem:

Para o Iº grupo - isopropanol; água destilada e ácido ní-
trico (180:20:20).

Para o IIº grupo - n-butanol e ácido clorídrico (50:30).

Para a revelação dos cromatogramas foram utilizadas as so-
luções de tioacetamida 1M e hidróxido de amônio p.a.

A técnica utilizada foi a ascendente, segundo LEDERER & LE-
DERER (2), utilizando-se tiras de papel de filtro *Whatman nº1*, com
dimensões proporcionais as câmaras empregadas. As câmaras cromato-
gráficas usadas constituíam-se de tubos com 30cm por 3cm.

Após o desenvolvimento do cromatograma, marcou-se a linha
de frente e colocou-se a tira de papel a secar na estufa a 40-50°C.
Após, procedeu-se a revelação do cromatograma e determinou-se o Rf.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela II encontram-se os resultados dos cromatogramas,

após a revelação com tioacetamida e hidróxido de amônio p.a.

TABELA II. RESULTADOS DOS CROMATOGRAMAS DOS CÂTIONS DO Iº E IIº GRUPOS.

GRUPOS	IONS	FRENTE (cm)	TEMPERATURA AMBIENTE °C	VALORES Rf	PRODUTO FORMADO	*COR DO PRECIPITADO
Iº	Pb ²⁺	10	22 ^o -25 ^o C	0,07-0,08	PbS	marrom
	Hg ₂ ²⁺	10	" "	0,30	HgS	negro
	Ag ⁺	10	" "	0,24	Ag ₂ S	negro
IIº	Bi ³⁺	10	22 ^o -25 ^o C	0,50-0,52	Bi ₂ S ₃	marrom
	Cd ²⁺	10	" "	0,60-0,64	CdS	amarelo
	Cu ²⁺	10	" "	0,14-0,15	CuS	marrom
	Hg ²⁺	10	" "	0,68-0,70	HgS**	negro

* Cor do precipitado obtido com o revelador: tioacetamida-hidróxido de amônio.

** Precipitado em forma de traços.

WALOWSKA & SOLOMIEWICZ(4) usaram a tioacetamida para a de terminação semi-quantitativa de traços de metais pesados em cromatografia de papel e separaram Cu²⁺, Pb²⁺ e Hg²⁺.

Neste trabalho (Tabela II) conseguiu-se a separação do Cu²⁺, Cd²⁺, Hg²⁺ e Bi³⁺ do IIº grupo e, também, do Pb²⁺, Ag⁺ e Hg₂²⁺ do Iº grupo.

CONCLUSÕES

Os cromatogramas obtidos foram de ótima qualidade, possibilitando a perfeita separação e identificação dos íons prata, chumbo, mercurioso, bismuto, cádmio, cobre e mercúrio.

A tioacetamida e o hidróxido de amônio p.a usados como re veladores das manchas, produziram compostos corados facilmente identi ficáveis.

Os valores de Rf obtidos, permitiram a perfeita separação e identificação dos íons estudados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. CONSDEN, R; GORDON, A.H.; MARTIN, P.J.A., *Biochem*, 38, 224(1944).
2. LEDERER, E.; LEDERER, M., *Cromatografia*, 2^a ed., El Ateneo, Bue nos Aires, 1960, pp 32.
3. MENEZES, E.M.P., *Contribuição ao estudo da Tioacetamida para subs tituir o sulfeto de hidrogênio na formação de sulfetos*, Santa Maria, 1969 (tese doutorado).

4. WASLOWSKA, J. & SOLOMIEWICZ, R., *Chem. Abstract*, 61, 4938g (1964).

Recebido em dezembro, 1982; aceito em dezembro, 1982.