

## SEPARAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DE ÂNIONS POR CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA

José ZUANON NETTO\*  
Celso Augusto Fessel GRANER\*  
Massao IONASHIRO\*

**RESUMO:** Os autores identificaram os ânions cloreto, brometo, iodeto, ferricianeto, ferrocianeto, tiocianato, cromato, permanganato, arsenato, clorato, iodato, bromato, nitrito e acetato, empregando os sistemas sílica gel H — acetona/n-butanol/hidróxido de amônio concentrado/água destilada (13:4:2:1), sílica gel H — n-butanol/etanol/hidróxido de amônio concentrado/água destilada (2:2:1:1) e as soluções reveladoras de alizarina a 0,08% m/v em etanol, aquosa de nitrato de prata a 2% m/v, saturada de sulfato de manganês em ácido sulfúrico 1M, iodeto de potássio a 10% m/v em ácido clorídrico 2M e a constituída por uma mistura em partes iguais de sulfato de ferro II e de cloreto de ferro III a 2% m/v em ácido clorídrico 2M.

**UNITERMOS:** Cromatografia em camada delgada; análise de ânions.

### INTRODUÇÃO

Embora a cromatografia em camada delgada venha sendo bastante aplicada à análise de ânions inorgânicos, a maior parte dos trabalhos realizados refere-se a separação e identificação de pequenos grupos destes íons<sup>2-6</sup> e só um número reduzido deles trata do assunto de forma mais global e sistemática<sup>1,7</sup>. Assim, o presente trabalho tem por objetivo estudar e propor sistemas cromatográficos, que se apliquem a separação e identificação de um número razoavelmente grande de ânions de maneira, ao mesmo tempo, rápida e simples.

### MATERIAL E MÉTODOS

#### 1. Material

Conjunto espalhador regulável 0-2mm e cubas de vidro de 22x22x10 cm (Desaga), placas de vidro de 20x20cm,

sílica gel H, soluções aquosas dos sais de sódio ou de potássio dos diferentes ânions, a 1% em relação aos mesmos; solventes: n-butanol — etanol — hidróxido de amônio concentrado — água destilada (2:2:1:1), acetona — n-butanol — hidróxido de amônio concentrado — água destilada (13:4:2:1)<sup>3</sup>; nebulizador e as soluções reveladoras: alizarina a 0,08% m/v em etanol, nitrato de prata a 2% m/v em água destilada, sulfato de ferro II e cloreto de ferro III a 2% m/v em ácido clorídrico 2M, iodeto de potássio a 10% em HCl 2M e solução saturada de sulfato de manganês em ácido sulfúrico 1M.

#### 2. Método

Foi empregado o desenvolvimento cromatográfico simples ascendente em placas de vidro de 20x20 cm.

As cromatoplasmas de sílica gel H uma vez preparadas (30 g de sílica gel H para, 70 ml de água destilada) foram secas ao ar

\* Departamento de Química Analítica — Instituto de Química — UNESP — 14.800 — Araraquara — SP.

por três horas e ativadas em estufa a 105°C por trinta minutos, aplicando-se às mesmas, aproximadamente, 0,001 ml das soluções dos diferentes ânions como sais de sódio ou de potássio.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Experiência I

Adsorvente: sílica gel H  
Espessura da camada: 250 micra  
Ativação: 30 minutos a 105°C  
Solvente: acetona/n-butanol/hidróxido de amônio conc./água destilada (13:4:2:1)  
Volume de solvente: 120 ml  
Tempo de percurso do solvente (10 cm): 30 minutos  
Temperatura: (25±1)°C  
Resultados: Tabela 1

Os resultados da Tabela 1 mostram que é possível, empregando-se como revelador a solução de alizarina a 0,08% m/v em etanol, identificar os ânions cloreto e/ou bromato, brometo e/ou nitrato e/ou clorato, iodeto, ferricianeto, tiocianato, nitrito e acetato por apresentarem valores Rf diferentes.

Os ânions cloreto e bromato podem ser diferenciados revelando o primeiro com solução de nitrato de prata a 2% m/v (mancha branca) e o segundo com solução saturada de sulfato de manganês em ácido sulfúrico 2M (mancha vermelha).

O ânion ferrocianeto é revelado juntamente com ferricianeto e tiocianato,

com uma mistura em partes iguais das soluções de sulfato de ferro II a 2% m/v e cloreto de ferro III a 2% m/v, como manchas de cores, respectivamente, azul, azul e vermelha.

O ânion brometo que apresenta Rf muito próximo daqueles dos ânions nitrato e clorato, é identificado por sua revelação também com a solução de nitrato de prata.

Já os resultados da Tabela 2 indicam a possibilidade da identificação dos ânions cromato, permanganato e clorato, que são revelados juntamente com ferricianeto e bromato, com a solução de sulfato de manganês em ácido sulfúrico 2M.

Os ânions arsenato, arsenito e iodato são identificados por sua revelação ao lado de cromato, permanganato, clorato e bromato, com a solução de iodeto de potássio em ácido clorídrico 2M (recentemente preparada).

## CONCLUSÕES

O emprego dos dois sistemas cromatográficos, sílica gel H — acetona/n-butanol/hidróxido de amônio concentrado/água destilada (13:4:2:1) e sílica gel H — n-butanol/etanol/hidróxido de amônio concentrado/água destilada (2:2:1:1) e das soluções reveladoras de alizarina, de nitrato de prata, de sulfato de manganês em ácido sulfúrico, de iodeto de potássio em ácido clorídrico e de sulfato de ferro II + cloreto de ferro III, permitiu a separação e identificação de quinze dos vinte e um ânions estudados.

TABELA 1 — Resultados obtidos com o sistema Sílica Gel H — acetona/n-butanol/hidróxido de amônio conc./água destilada (13:4:2:1).

ÂNION	Soluções Reveladoras				Rf
	Alizarina	AgNO <sub>3</sub>	MnSO <sub>4</sub>	FeSO <sub>4</sub> + FeCl <sub>3</sub>	
Cl <sup>-</sup>	amarela	branca	—	—	0,35
Br <sup>-</sup>	amarela	branca	—	—	0,55
I <sup>-</sup>	amarela	amarela	amarela*	—	0,75
[Fe(CN) <sub>6</sub> ] <sup>3-</sup>	amarela	—	amarela	azul	0,26
[Fe(CN) <sub>6</sub> ] <sup>4-</sup>	amarela	branca	—	azul	0,00
SCN <sup>-</sup>	amarela**	—	—	vermelha	0,83
H <sub>3</sub> C-O-O	amarela	—	—	—	0,40
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	—	—	—	—	0,15
S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	amarela	preta	—	—	0,00
VO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	rôsea	amarela	—	—	0,00
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	amarela	amarela	—	—	0,00
AsO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	amarela	parda	—	—	0,00
AsO <sub>3</sub> <sup>3-</sup>	—	amarela	—	—	0,10
CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	amarela	vermelha	amarela	—	0,02
MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	amarelo-pardacenta	—	—	—	0,00
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	amarela	parda	—	—	0,52
ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	amarela	—	—	—	0,52
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	amarela	—	—	—	0,00
IO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	—	branca	—	—	0,00
BrO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	amarela	—	vermelha*	—	0,35
SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	amarela	—	—	—	0,00

\* são revelados após secagem completa da placa  
\*\* desaparece com o tempo

### Experiência II

Adsorvente: sílica gel H  
Espessura da camada: 250 micra  
Ativação: 30 minutos a 105°C  
Solvente: n-butanol/etanol/hidróxido de amônio concentrado/água destilada (2:2:1:1)  
Volume de solvente: 120 ml  
Tempo de percurso do solvente (10cm): 60 minutos  
Temperatura: (25 ± 1) °C  
Resultados: Tabela 2

TABELA 2 — Resultados obtidos com o sistema Silica Gel H- n-butanol/etanol/hidróxido de amônio conc./água destilada (2:2:1:1)

ÂNION	Soluções reveladoras			cor das manchas		Rf
	Alizarina	FeSO <sub>4</sub> + FeCl <sub>3</sub>	MnSO <sub>4</sub>	KI + HC12M		
Cl <sup>-</sup>	amarela	—	—	—	—	0,68
Br <sup>-</sup>	amarela	—	—	—	—	0,72
I <sup>-</sup>	amarela	—	—	—	—	0,75
[Fe(CN) <sub>6</sub> ] <sup>3-</sup>	amarela	azul	amarelo <sup>*</sup>	—	—	0,55
[Fe(CN) <sub>6</sub> ] <sup>4-</sup>	amarela	azul	pardacenta	—	—	0,20
SCN <sup>-</sup>	amarela	vermelha	—	—	—	0,74
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	—	—	—	—	—	—
H <sub>3</sub> C-COO <sup>-</sup>	—	—	—	—	—	—
S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	amarela	—	—	—	—	0,44
VO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	rosea	—	—	—	—	0,1
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	amarela	—	—	—	—	0,12
AsO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	amarela	—	—	amarelo <sup>*</sup>	—	0,18
AsO <sub>3</sub> <sup>3-</sup>	—	—	—	pardacenta	alaranjada	0,40
CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	amarela	—	vermelha <sup>*</sup>	—	—	—
MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	parda	—	parda passando a vermelha	—	—	0,45
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	amarela	—	—	—	—	0,00
ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	amarela	—	—	—	—	0,78
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	amarela	—	—	—	—	0,78
IO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	amarela	—	—	—	—	0,21
BrO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	amarela	—	—	—	—	0,53
SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	amarela	—	—	—	—	0,70
				—	—	0,21

\*revela após secagem completa da placa

ZUANON NETTO, J. *et alii* — Separation and identification of anions by thin layer chromatography. Ecl. Quím., São Paulo, 9:45-49, 1984.

ABSTRACT: The authors have identified anions chloride, bromide, iodide, ferricyanide, ferrocyanide, thiocyanate, chromate, permanganate, arsenate, chlorate, iodate, bromate, nitrite, acetate, using the systems silica gel H — acetone/n-butanol/conc. NH<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O (13:4:2:1), silica gel H — n-butanol/ethanol/conc. NH<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O (2:2:1:1) and five reagents for visualization.

KEY-WORDS: Thin layer chromatography; analysis of anions.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. HAWORTH, D.T.; ZIEGERT, R.M. — *J. Chromatogr.*, 1968, 38, 544.
2. LONGO, A.; ZUANON NETTO, J. — *Rev. Fac. Farm. Odont.*, 1970, 4(2), 335.
3. SEILER, H.; KAFFENBERGER, T. — *Helv. Chim. Acta.*, 1961, 44, 1282.
4. SEILER, H. — *Helv. Chim. Acta.*, 1961, 44, 1753.
5. SEILER, H.; ERLENMEYER, H. — *Helv. Chim. Acta.*, 1964, 47, 264.
6. ZUANON NETTO, J.; LONGO, A. — *Rev. Fac. Farm. Odont.*, 1973, 7(2), 157.
7. ZUANON NETTO, J.; LONGO, A.; HANAI, L.W. — *An Farm. Quím.*, 1978, 18(1), 103.