

Mariana M. Virgolino (IC-Jr)^{1,2}, Bruna Z. Costa (PG)¹ e Anita J. Marsaioli (PQ)¹.

¹Instituto de Química – UNICAMP, Caixa Postal 6154, Campinas – SP, CEP 13083-970
²EE Miguel Vicente Cury, Rua São Cirilo, 354, Jd. Padre Anchieta, Campinas - SP, CEP 13068-413.

Palavras - Chave: cromatografia em camada delgada – reveladores – anisaldeído - vanilina.

INTRODUÇÃO

A Cromatografia em Camada Delgada (CCD) é uma técnica cromatográfica amplamente utilizada por ser um método rápido, simples e econômico. A CCD é realizada em uma superfície revestida por uma camada de material adsorvente, geralmente sílica (fase estacionária), onde é aplicada a amostra. Em seguida, um solvente ou uma mistura de solventes (fase móvel) é elaborado na placa através da ação capilar, promovendo a separação dos componentes da mistura devido as diferentes afinidades dos mesmos pelas fases imiscíveis (Figura 1)

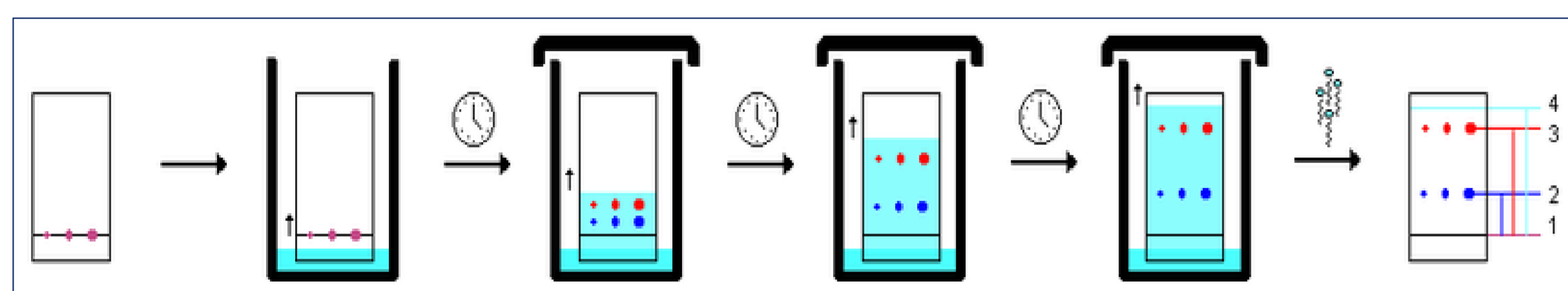


Figura 1. Esquema de uma cromatografia em camada delgada.

Comumente, após esse processo é necessário utilizar soluções reveladoras para visualizar os compostos, já que a maioria destes é incolor. Dentre as soluções mais versáteis para os compostos orgânicos (ricos em grupos funcionais como hidroxilas, aminas, cetonas, etc), estão as soluções ácidas alcoólicas de anisaldeído e vanilina. Entretanto as estruturas dos compostos coloridos formados são sempre sugeridas porém não comprovadas.

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi comprovar a estrutura dos produtos coloridos formados a partir da reação da anilina com as soluções reveladoras de anisaldeído e vanilina.

MATERIAL E MÉTODOS

❖ Soluções reveladoras:

Anisaldeído (Solução A):

0,15 mL de H₂SO₄ concentrado
0,4 mL de anisaldeído
8,5 mL de metanol
1 mL de ácido acético

Vanilina (Solução B):

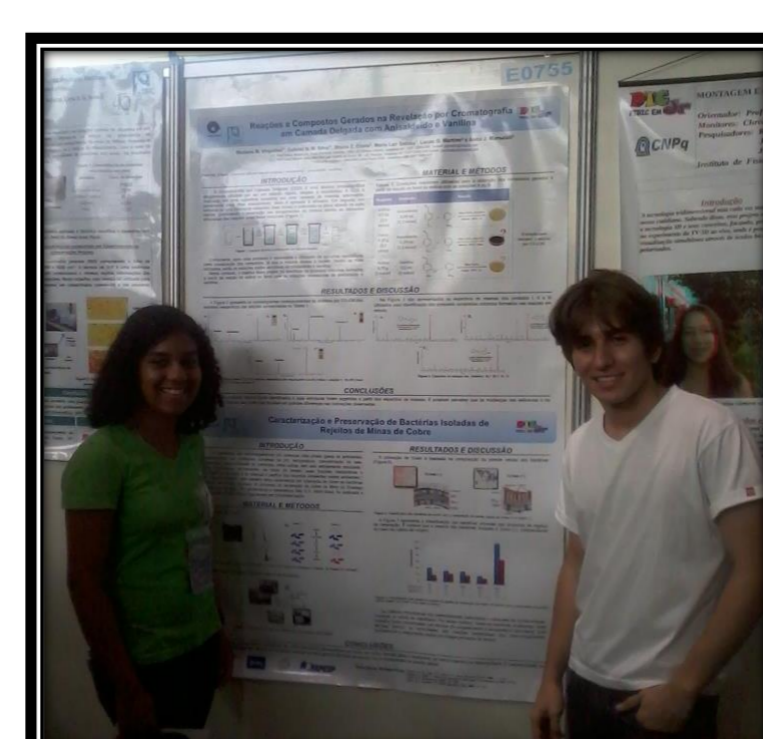
0,15 mL de H₂SO₄ concentrado
0,6 mL de vanilina
9,5 mL de etanol

Tabela 1. Condições reacionais utilizadas para a obtenção dos compostos gerados a partir da reação da anilina com as soluções A ou B.

Reagente	Revelador	Reação
Anilina 0,4 mL (3,3 mmol)	Anisaldeído 0,29 mL (3,3 mmol)	
Anilina 0,75 g (5 mmol)	Vanilina 0,5 mL (5 mmol)	

As reações foram extraídas com metanol e analisadas por CG-EM e UV-VIS. Para a caracterização completa dos produtos gerados, foi adicionado NaBH₄ (1 g) ao extrato metanólico bruto da reação. Os produtos reduzidos foram purificados por cromatografia em coluna e caracterizados por CG-EM e RMN.

O trabalho foi desenvolvido por alunos do Ensino Médio credenciados no Programa de Iniciação Científica Jr. (PIC-Jr) da UNICAMP no ano de 2012-2013.



RESULTADOS E DISCUSSÃO

❖ Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas (CG-EM):

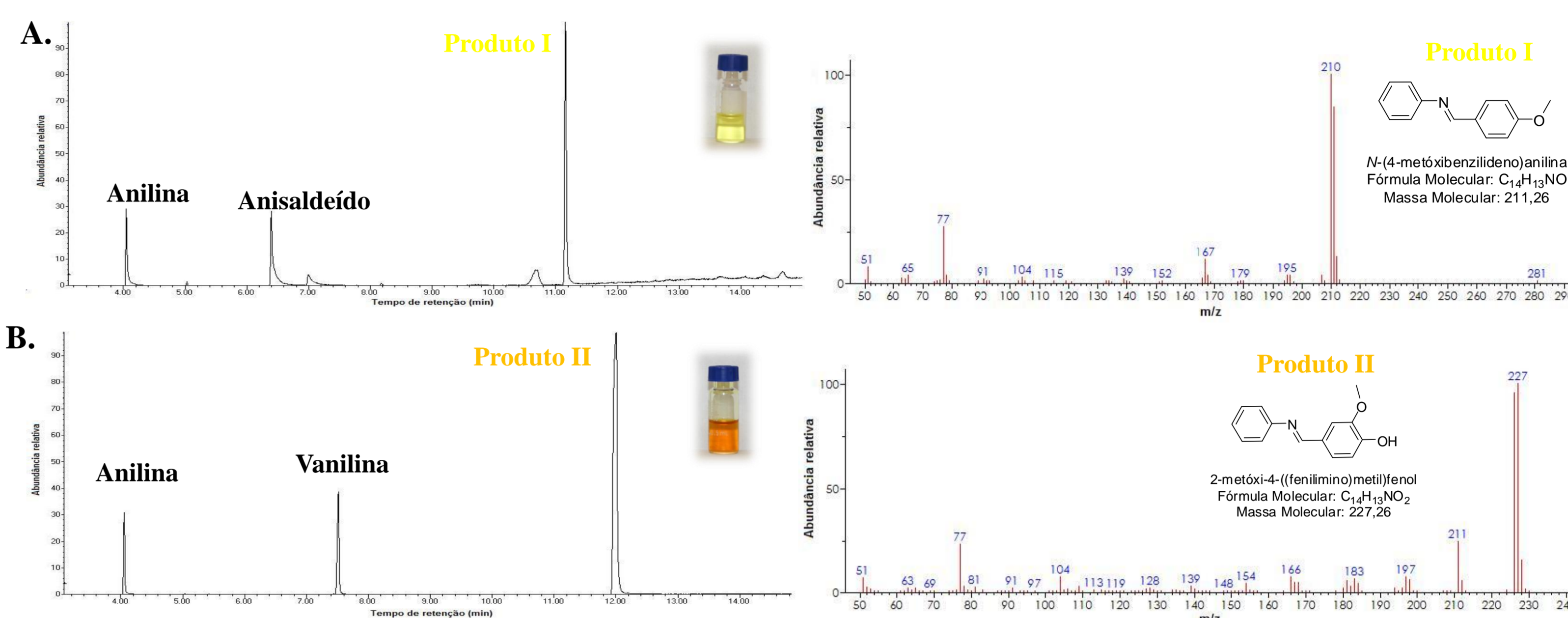


Figura 2. Cromatogramas de CG-EM, extratos metanólicos e espectros de massas das reações entre A) Anilina e anisaldeído; B) Anilina e vanilina.

❖ Espectroscopia UV-VIS

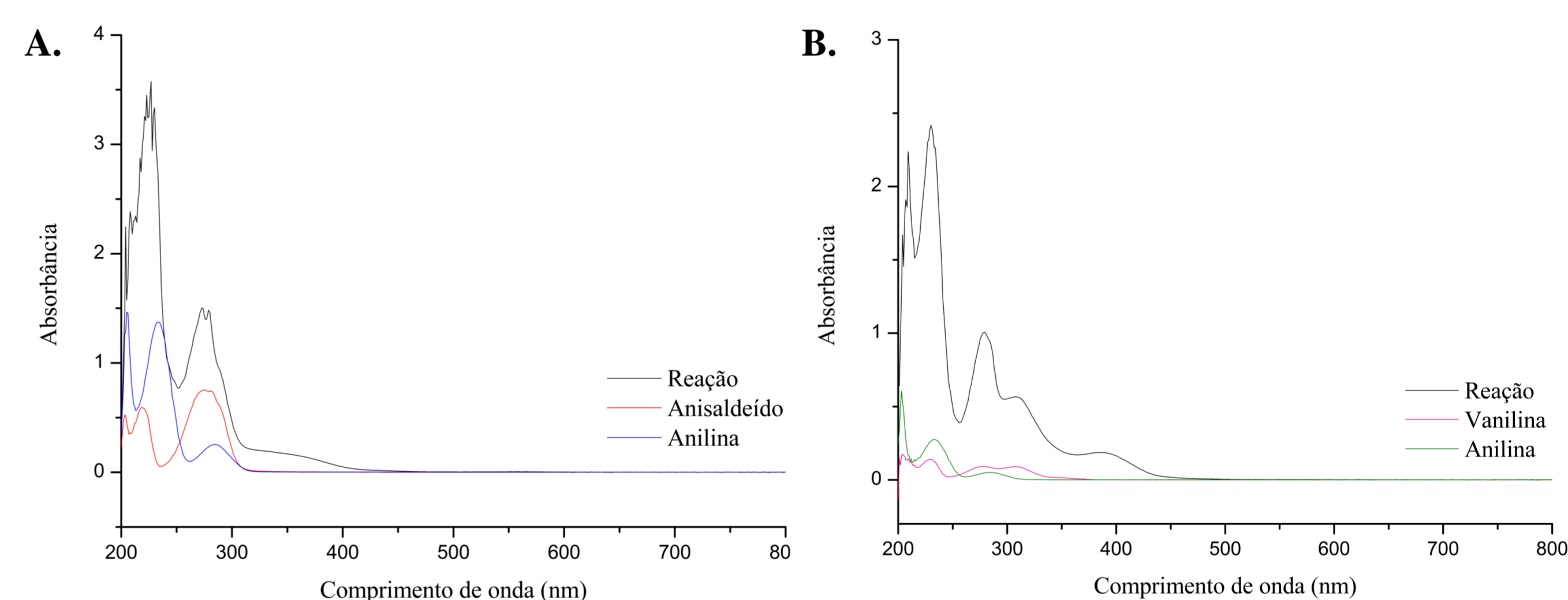


Figura 3. Espectros UV-VIS dos extratos metanólicos das reações entre A) Anilina e anisaldeído; B) Anilina e vanilina.

❖ Redução com NaBH₄

Permitiu confirmar a estrutura química dos produtos coloridos formados na reação da anilina com os reveladores de anisaldeído e vanilina, uma vez que os mesmos são facilmente hidrolisáveis.

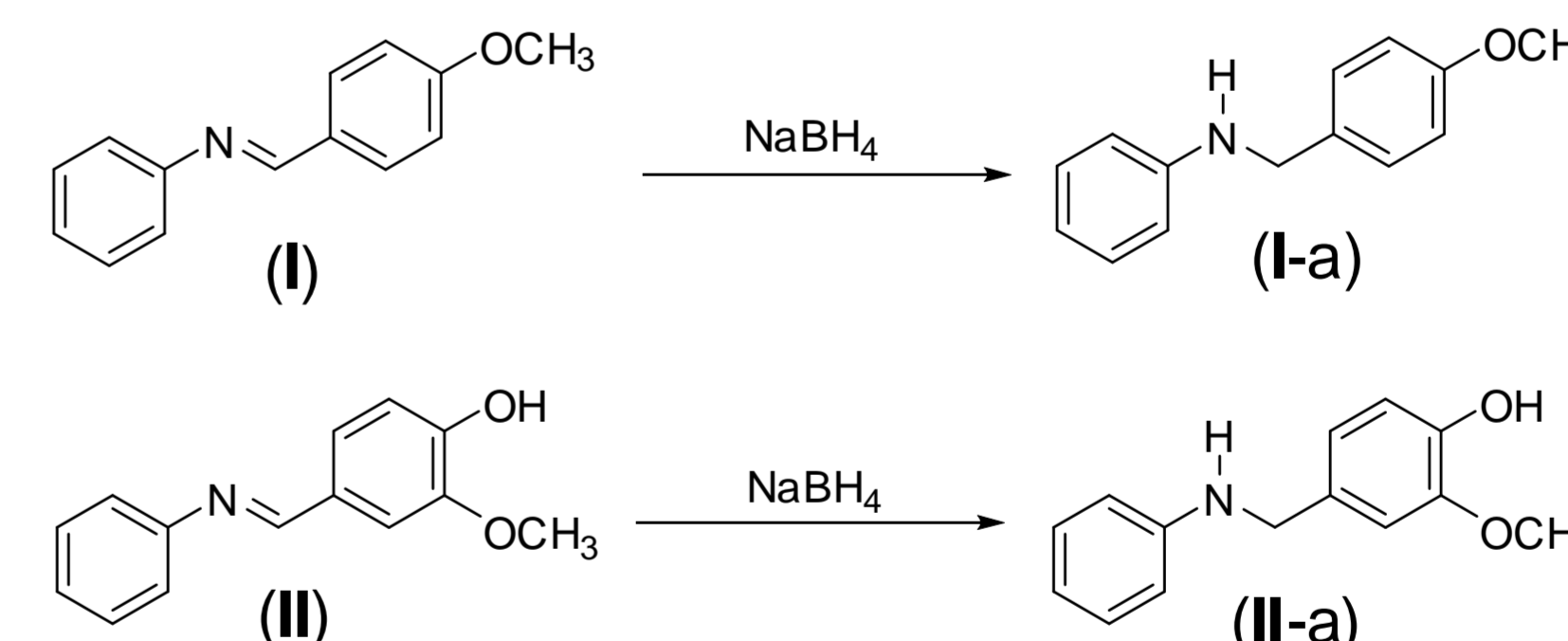


Figura 3. Reação entre os produtos I e II, formando as aminas secundárias I-a e II-a.

CONCLUSÕES

Os produtos obtidos foram identificados e caracterizados por EM, UV-VIS e RMN. Observou-se que as mudanças nas estruturas e na composição atômica das moléculas resultaram em grandes diferenças nas colorações observadas.

❖ Conceitos abordados

<p>Reações orgânicas</p> <ul style="list-style-type: none"> Substituição nucleofílica em C=O Formação de iminas Redução de iminas 	<p>Caracterização de compostos orgânicos</p> <ul style="list-style-type: none"> EM UV-VIS RMN IV 	<p>Físico-Química</p> <ul style="list-style-type: none"> Absorção de radiação UV-VIS Transições eletrônicas
---	---	--