



Desenvolvimento e validação de uma atividade POGIL para ser aplicada em aulas práticas de química

Development and validation of a POGIL activity to be applied in practical chemistry classes

J. F. Santana*; R. A. Simões; A. C. V. Simões; N. N. Saraiva

Departamento de Farmácia, Campus Professor Antônio Garcia Filho, Universidade Federal de Sergipe, 494000-000, Lagarto-Sergipe, Brasil

**jhonatasfreiree@gmail.com*

(Recebido em 29 de julho de 2022; aceito em 06 de setembro de 2022)

As aulas práticas de Química, geralmente, são ministradas através do método de ensino tradicional. No entanto, tem-se observado que essa abordagem vem se tornando cada vez menos eficaz no entendimento dos discentes sobre os assuntos abordados, havendo a necessidade de buscar metodologias alternativas. Nesse sentido, o presente trabalho teve como objetivo desenvolver e validar por meio da técnica Delphi uma atividade POGIL para ser aplicado em aulas práticas de química como uma alternativa à abordagem tradicional. Para isso, foi realizada a construção de um roteiro prático semiestruturado no formato POGIL abordando o assunto de Cromatografia em Camada Delgada Analítica (CCDA). Em seguida, o instrumento foi submetido a validação pelo método Delphi, sendo avaliado por um painel de especialistas composto por cinco juízes. Após duas rodadas de avaliação, todos os itens do instrumento foram validados, apresentando Índice de Validade de Conteúdo (IVC) de 100%. A partir do trabalho, foi possível obter um instrumento validado que poderá ser utilizado em aulas práticas que abordem o assunto de CCDA e que também se deseje avaliar a eficácia da metodologia POGIL como uma alternativa à abordagem tradicional.

Palavras-chave: Ensino em química, POGIL, validação de conteúdo.

Practical Chemistry classes are usually taught through the traditional teaching method, however, it has been observed that this approach has become less and less effective in understanding students about the subjects covered, with the need to seek alternative methodologies. In this sense, the present work aimed to develop and validate, through the Delphi technique, a POGIL activity to be applied in practical chemistry classes as an alternative to the traditional approach. For this, a semi-structured practical script was built in POGIL format addressing the subject of Analytical Thin Layer Chromatography (ADCC). Then, the instrument was submitted to validation by the Delphi method, being evaluated by a panel of experts composed of five judges. After two rounds of evaluation, all items of the instrument were validated, presenting a Content Validity Index (CVI) of 100%. From the work, it was possible to obtain a validated instrument that can be used in practical classes that address the subject of CCDA and that also want to evaluate the effectiveness of the POGIL methodology as an alternative to the traditional approach.

Keyword: Teaching in chemistry, POGIL, content validation.

1. INTRODUÇÃO

As aulas práticas de Química estão presentes em diversos cursos de ensino superior. Sua aplicação é de fundamental importância para promover uma aprendizagem completa, onde é possível relacionar o conhecimento teórico com o prático [1]. As atividades laboratoriais permitem aos alunos desenvolverem habilidades essenciais para a vida acadêmica e profissional, tais como: capacidade de resolver problemas, projetar e realizar experimentos, gerar, analisar e interpretar dados, dominar técnicas, gerenciar o tempo e trabalhar em equipe [2, 3]. No entanto, embora essas aulas sejam extremamente importantes para o processo de ensino-aprendizagem dos estudantes, a maneira como elas vêm sendo executadas tem sido debatida por diversos pesquisadores [4].

Nos últimos anos vêm sendo levantadas diversas questões sobre a atual maneira de executar aulas práticas em laboratório. Muitos estudiosos tem observado que a maioria dos experimentos e atividades laboratoriais estão sendo conduzidos como um “livro de receitas”, onde os alunos recebem um roteiro pronto contendo um conjunto de passos que devem ser seguidos a fim de

obter um resultado já estabelecido. Assim, a maioria dos estudantes entendem que só precisarão seguir as instruções fornecidas que chegarão a um resultado satisfatório, sem necessariamente refletirem sobre os processos que levaram ao resultado, ou o propósito de realizar as investigações [5-8]. Essa forma tradicional e mecânica de ensinar não permite que os alunos desenvolvam um pensamento crítico e independente, tornando o aprendizado muito limitado e superficial sobre os assuntos abordados durante as aulas [9, 10].

Diante disso, uma alternativa para auxiliar na resolução desse problema é buscar metodologias de ensino alternativas. Uma possibilidade à abordagem tradicional no laboratório é o *Process oriented guided inquiry learning* – POGIL (Processo de aprendizagem orientado por investigação guiada), que é uma metodologia ativa de ensino baseada em um ciclo de aprendizagem que contém três fases. Na primeira, fase de exploração, os alunos analisam as informações fornecidas em um modelo, cada modelo consiste em uma combinação de diversos recursos como tabelas, gráficos, imagens, esquemas e outras informações relevantes para o tópico em discussão. Na segunda, fase de elaboração de conceitos, os estudantes desenvolvem conceitos a partir dos padrões e relações extraídos ao examinarem os modelos. Por fim, na terceira, fase de aplicação dos conceitos, os alunos têm a oportunidade de aplicar os conceitos recém-formados a novas situações, com o objetivo de fixar os novos conhecimentos e comprovar ou refutar suas hipóteses [11-15].

O POGIL é uma atividade cooperativa, pois, durante sua execução os alunos trabalham em equipes, geralmente de três a quatro pessoas. Cada participante desempenha uma função específica dentro do grupo, que pode ser de coordenador, secretário, leitor ou apresentador. A execução dessas funções são rotacionáveis e contribuem para o desenvolvimento de habilidades fundamentais, como: pensamento crítico, trabalho em equipe, comunicação, resolução de problemas, escrita e autoavaliação [13, 16]. Além disso, durante a aplicação da atividade POGIL o professor deixa de atuar como detentor e transmissor do conhecimento e passa a ser um facilitador, fornecendo os meios necessários para que os alunos possam adquirir seus conhecimentos por conta própria, explorando os dados fornecidos, formulando suas hipóteses e aplicando-as de forma prática nos experimentos [14, 17].

Ao utilizar a metodologia POGIL em um laboratório, os alunos deixam de receber um roteiro tradicional, contendo todos os passos que deveriam ser seguidos para realizar o experimento e passam a utilizar um roteiro semiestruturado contendo alguns modelos que apresentam tópicos sobre o assunto de forma didática, seguidos de perguntas norteadoras que os ajudarão a formular suas próprias hipóteses, as quais poderão ser testadas através do experimento. Nesse caso, os estudantes são estimulados a pensar criticamente sobre o assunto abordado na prática e nas diferentes soluções possíveis para a resolução dos problemas. Eles se tornarão responsáveis por gerarem o procedimento a ser seguido para realizar o experimento e determinarem os possíveis resultados [18, 19].

Diversas pesquisas analisaram a efetividade da metodologia POGIL quando aplicada a conteúdos teóricos em sala de aula [13, 20-23]. No entanto, percebe-se uma escassez de estudos no Brasil e em outros países analisando a efetividade dessa metodologia quando aplicada em aulas práticas laboratoriais, evidenciando uma lacuna que precisa ser preenchida. Diante disso, esse estudo desenvolveu um roteiro de prática semiestruturado, seguindo a metodologia POGIL, para ser aplicado em aulas práticas de química.

No entanto, para que um instrumento de medida seja confiável é fundamental que ele passe por um processo de validação. Esse tem como objetivo verificar se o instrumento elaborado conseguirá medir com exatidão o que foi proposto, ou seja, se ele avaliará de forma precisa o que está sendo estudado [24, 25]. Existem diversos métodos de validação, dentre eles o Delphi, que tem sido amplamente utilizado em diversas áreas, incluindo educação [26]. O Delphi é um processo interativo onde diversos especialistas são convidados a compor um painel de juízes que, por meio de algumas rodadas de avaliação, expressam suas opiniões de forma independente sobre um determinado tópico até chegarem em um consenso, tornando o instrumento validado [27, 28].

Frente ao exposto, o presente trabalho desenvolveu e validou através do método Delphi, um roteiro semiestruturado no formato POGIL sobre a prática de Cromatografia em Camada Delgada Analítica (CCDA). Este projeto forneceu uma importante oportunidade para avançar

nos estudos sobre a metodologia POGIL em aulas laboratoriais, pois, o instrumento validado poderá ser utilizado em futuras pesquisas que tenham como intuito avaliar a aplicação dessa metodologia em aulas práticas de química, com a finalidade de verificar sua efetividade como uma alternativa para o ensino tradicional.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Trata-se de um estudo de caráter metodológico e descritivo, de abordagem quantitativa com emprego da Técnica Delphi, visando o desenvolvimento e validação de um instrumento que possa ser utilizado em aulas práticas de química e por outros pesquisadores para avaliar o rendimento de discentes após a implantação da metodologia POGIL. O estudo foi estruturado em duas fases: elaboração do instrumento e validação de conteúdo por meio da técnica Delphi.

2.1 Elaboração do instrumento: roteiro de prática semiestruturado no formato de POGIL

A atividade POGIL foi elaborada com o objetivo de ser aplicada para estudantes de química orgânica, sejam eles alunos de farmácia ou, quaisquer outros que estejam cursando alguma disciplina onde a Cromatografia em Camada Delgada Analítica (CCDA) seja objeto de estudo.

Para fundamentar a construção da atividade, foi realizada uma investigação no site pogil.org, site oficial do projeto POGIL, com o objetivo de identificar a estrutura básica que deve compor uma atividade POGIL e as etapas para construí-la. Em seguida, foi realizada outra busca em diversos livros didáticos de Química que abordavam o assunto CCDA para embasar o conteúdo que iria compor o instrumento.

Após a definição do conteúdo e estrutura do instrumento, foi realizada a construção do roteiro semiestruturado no formato POGIL. Ele foi estruturalmente composto pelo tema central da aula, seguido dos objetivos de aprendizagem a serem alcançados com a realização da atividade e três modelos desenvolvidos de modo a seguir o Ciclo de Aprendizagem de Karplus, contendo as fases de Exploração, Elaboração de Conceito e Aplicação. Em cada modelo foi utilizada uma combinação de diversos recursos como imagens, tabelas, equações, e outras informações, para que os estudantes pudessem explorar, procurando padrões ou tendências que os auxiliem na resolução das questões de análise crítica. Essas questões foram cuidadosamente projetadas para levá-los a formular suas próprias conclusões válidas e, então, aplicá-las na atividade prática a fim de comprovar ou refutar suas teorias. Além disso, ao fim do instrumento, há a descrição dos materiais e reagentes a serem utilizados durante a prática, seguido de questões a serem resolvidas no pós-laboratório e as referências utilizadas no desenvolvimento do material [11, 29].

2.2 Validação do instrumento – método Delphi

Para realizar a validação do conteúdo, o presente trabalho utilizou a metodologia de validação Delphi, que consiste em uma técnica ou método de pesquisa, objetivando o consenso de um grupo de especialistas sobre a temática proposta [30].

2.2.1 Painel de especialistas

Foram pré-selecionados cinco especialistas que atendessem aos seguintes critérios de inclusão: ser farmacêutico ou químico; possuir cargo de docência; conhecer e já ter tido contato com a metodologia POGIL. Após a pré-seleção, foi realizado contato por e-mail com os participantes através do envio de um convite para participação no estudo, onde foram apresentados os objetivos da pesquisa. Para os que aceitaram participar, posteriormente foram encaminhados via e-mail o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (TCLE) e os materiais para validação, compostos por instrumento elaborado (roteiro semiestruturado no formato POGIL) e as instruções por escrito para o preenchimento dos materiais. Após isso, os

especialistas receberam um prazo de 30 dias para devolverem o material com as devidas análises.

2.2.2 *Análise dos materiais pelo painel de especialistas*

Para análise das informações presentes em cada modelo do instrumento, foram estabelecidos sete critérios a serem avaliados pelos juízes, sendo eles: 1) Seguir o Ciclo de Aprendizagem de Karplus; 2) Ser importante para o entendimento da prática de CCDA; 3) Estar descrita com linguagem clara e terminologia correta; 4) Apresentar figuras claras e didáticas; 5) Ser suficientes para a exploração inicial e elaboração de conceitos; 6) Auxiliar na resolução das questões de análise crítica e, no caso das questões pós-laboratório e 7) Serem importantes para que o aluno aprofunde seus conhecimentos sobre a atividade prática de CCDA.

Em seguida, esses critérios foram distribuídos em 20 itens de avaliação. Cada item deveria ser julgado individualmente pelos especialistas por meio da escala tipo Likert, com pontuação gradual de 1 a 5, sendo: 1 = Discordo totalmente; 2 = Discordo parcialmente; 3 = Não concordo e nem discordo; 4 = Concordo parcialmente e 5 = Concordo totalmente. Além desta pontuação, havia também um espaço livre para o avaliador expressar suas opiniões, justificativas, sugestões e/ou orientações sobre o conteúdo do instrumento.

2.2.3 *Análise estatística dos dados*

Durante as rodadas Delphi, os especialistas avaliaram cada item individualmente e emitiram um parecer sobre eles. Após o recebimento dos pareceres, foi realizada uma análise quantitativa através do cálculo do Índice de Validade de Conteúdo (IVC), utilizando a equação apresentada abaixo [31, 32].

$$IVC = \frac{\text{número de respostas "4" ou "5"}}{\text{número total de respostas}} \times 100$$

O IVC permite medir a proporção ou porcentagem de avaliadores que estão em concordância sobre determinados aspectos do instrumento e seus itens. Para que um item seja considerado validado, recomenda-se uma concordância mínima de 80% e, preferencialmente, superior a 90%. No entanto, nesse estudo, optou-se por ampliar o percentual de concordância aceitável para 100%, com o propósito de obter resultados mais significativos. Além disso, essa escolha foi realizada tendo em vista o número de juízes que participaram das duas etapas de validação, que foi o número mínimo sugerido de acordo com Coluci et al. (2015) [33].

Dessa forma, ao final de cada rodada de avaliação, foi realizado o cálculo do IVC para cada item analisado pelos juízes e aqueles que obtiveram percentual de concordância (IVC) inferior a 100% foram reformulados, levando em consideração as observações e sugestões apresentadas pelos avaliadores. Após essa reestruturação, o instrumento foi reenviado para os mesmos juízes participantes da pesquisa acompanhado dos mesmos itens para serem reavaliados, a fim de verificar a concordância sobre o instrumento após a sua reformulação. Além disso, também foi encaminhado um documento contendo o compilado das sugestões e observações emitidas pelos cinco especialistas na primeira rodada, sem revelar a identidade de nenhum deles, e os resultados da análise quantitativa de cada item. Assim, iniciou-se a segunda rodada do Delphi, na qual os juízes reavaliaram o instrumento enviado e finalmente foi atingido o consenso.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 *Caracterização do painel de juízes*

Dos cinco avaliadores convidados, todos aceitaram participar da pesquisa durante as duas rodadas Delphi, obtendo-se uma taxa de retorno de 100%. Não há um consenso da literatura sobre o número específico de participantes necessários para realizar um estudo Delphi, no entanto, Coluci et al. (2015) [33] estabelecem um número entre 5 e 10 integrantes. Logo, a

quantidade de avaliadores que participaram do estudo até a rodada final pode ser considerada adequada.

Referente a caracterização da amostra, foi verificado que dentre os cinco juízes que avaliaram o instrumento, dois eram do sexo feminino e três do sexo masculino. Com relação a formação profissional, dois eram farmacêuticos e três químicos. Todos atuam na área da educação como docentes, sendo três em Universidades Federais e dois em Institutos Federais. Com relação ao tempo de atuação profissional, 100% dos avaliadores possuem entre 5 e 15 anos de experiência (Tabela 1).

Tabela 1: Caracterização do painel de especialistas que participaram das duas rodadas Delphi.

Características	1ª Rodada		2ª Rodada	
	n	%	n	%
Sexo				
Feminino	2	40	2	40
Masculino	3	60	3	60
Formação profissional				
Farmacêutico	2	40	2	40
Químico	3	60	3	60
Campo de atuação profissional				
Docente em Universidade Federal	3	60	3	60
Docente em Instituto Federal	2	40	2	40
Instituição onde atua				
UFS	2	40	2	40
UFC	1	20	1	20
IFPI	1	20	1	20
IFSertãoPE	1	20	1	20
Tempo de atuação profissional				
Entre 5 e 15 anos	5	100	5	100

UFS – Universidade Federal de Sergipe; UFC – Universidade Federal do Ceará; IFPI – Instituto Federal do Piauí; IFSERTÃOPE – Instituto Federal do Sertão Pernambucano.

3.2 Validação do roteiro semiestruturado no formato POGIL

3.2.1 Primeira rodada de avaliação

Na primeira fase da validação foi enviado aos cinco avaliadores a primeira versão do POGIL, juntamente com o documento contendo todos os itens que deveriam ser julgados por eles. Os juízes foram orientados a avaliar os três modelos presentes no POGIL, bem como as questões pós-laboratório. Com relação aos modelos, foi solicitado que eles julgassem se: as informações seguiam o ciclo de aprendizagem de Karplus, eram importantes para o entendimento da prática de CCDA, estavam descritas com linguagem clara e terminologia correta, apresentavam figuras claras e didáticas, se eram suficientes para a exploração inicial e elaboração de conceitos e, por fim, se o conteúdo apresentado no modelo auxiliaria na resolução das questões. Já com relação as questões pós-laboratório, solicitou-se que fosse avaliado se elas eram importantes para que o aluno aprofundasse seus conhecimentos sobre a prática de CCDA e se estavam descritas com linguagem clara e terminologia correta.

Após o retorno das avaliações realizadas pelos especialistas, os dados foram coletados e analisados de forma quantitativa através do cálculo do Índice de Validade de Conteúdo (IVC). Considerando o instrumento em questão, observou-se que a maioria dos itens obtiveram um percentual de concordância (IVC) de 100%, com exceção apenas do item 3.1, que obteve um percentual de 60%, como é possível observar na Tabela 2. No entanto, embora os juízes concordassem sobre a maioria dos itens presentes no instrumento, foram realizadas sugestões de melhorias que foram acatadas pelos pesquisadores, por serem extremamente pertinentes para o

presente trabalho. Dessa forma, apenas o conteúdo referente aos itens 1.2, 1.5, 1.6, 2.4, 2.6 e 4.1, que representam 30% do instrumento, não passaram pela reformulação nessa primeira rodada.

Tabela 2: Consenso do julgamento dos especialistas quanto aos itens presentes no roteiro semiestruturado no formato POGIL durante a primeira rodada Delphi.

Itens de avaliação do POGIL	Escala de Likert					IVC
	1	2	3	4	5	
Modelo 1						
1.1 Segue o ciclo de aprendizagem de karplus	-	-	-	40%	60%	100%
1.2 São importantes para o entendimento da prática de CCDA	-	-	-	-	100%	100%
1.3 Foram descritas com linguagem clara e terminologia correta	-	-	-	20%	80%	100%
1.4 Apresenta figuras claras e didáticas	-	-	-	20%	80%	100%
1.5 São suficientes para a exploração inicial e elaboração de conceitos	-	-	-	-	100%	100%
1.6 O conteúdo apresentado no modelo auxilia na resolução das questões	-	-	-	-	100%	100%
Modelo 2						
2.1 Segue o ciclo de aprendizagem de karplus	-	-	-	20%	80%	100%
2.2 São importantes para o entendimento da prática de CCDA	-	-	-	20%	80%	100%
2.3 Foram descritas com linguagem clara e terminologia correta	-	-	-	60%	40%	100%
2.4 Apresenta figuras claras e didáticas	-	-	-	-	100%	100%
2.5 São suficientes para a exploração inicial e elaboração de conceitos	-	-	-	40%	60%	100%
2.6 O conteúdo apresentado no modelo auxilia na resolução das questões	-	-	-	-	100%	100%
Modelo 3						
3.1 Segue o ciclo de aprendizagem de karplus	-	20%	20%	-	60%	60%
3.2 São importantes para o entendimento da prática de CCDA	-	-	-	20%	80%	100%
3.3 Foram descritas com linguagem clara e terminologia correta	-	-	-	60%	40%	100%
3.4 Apresenta figuras claras e didáticas	-	-	-	20%	80%	100%
3.5 São suficientes para a exploração inicial e elaboração de conceitos	-	-	-	60%	40%	100%
3.6 O conteúdo apresentado no modelo auxilia na resolução das questões	-	-	-	20%	80%	100%
Questões pós-laboratório						
4.1 São importantes para que o aluno aprofunde seus conhecimentos sobre a prática de CCDA	-	-	-	-	100%	100%
4.2 Foram descritas com linguagem clara e terminologia correta	-	-	-	40%	60%	100%

1 (discorda totalmente); 2 (discorda parcialmente); 3 (não concorda nem discorda); 4 (concorda parcialmente); 5 (concorda totalmente); IVC (índice de validade de conteúdo).

Com relação a seguir o ciclo de aprendizagem de Karplus, os avaliadores relataram sentir falta de mais questões exploratórias e de aplicação de conceitos nos modelos um e dois. Além disso, no item 3.1, único a apresentar IVC abaixo de 100%, alguns dos avaliadores julgaram discordar ou ficar indiferentes em relação ao item, por não apresentar nenhuma questão exploratória e de criação de conceitos. De acordo com Ruder et al. (2020) [12], um dos

pré-requisitos para se desenvolver uma atividade POGIL é que ela deve seguir ciclo de aprendizagem e, para isso, é imprescindível que existam questões exploratórias, de criação e aplicação de conceitos. Assim, todas as sugestões referentes aos itens foram acatadas e mais questões foram incluídas aos modelos, de modo a se adequar ao ciclo.

A maioria dos avaliadores concordaram que as informações presentes nos modelos eram importantes para o entendimento da prática de CCDA e apenas foi sugerido que o conceito de “cromatografia por adsorção” fosse mais explorado, a fim de evitar incompreensões por parte dos alunos. Como o intuito do instrumento é facilitar o processo de ensino e aprendizagem dos estudantes, é extremamente importante que ele apresente informações relevantes e que sejam direcionadas para os objetivos de aprendizagem da aula, pois, como mencionado por Simonson (2019) [11], o objetivo da atividade POGIL não é apresentar o máximo de conteúdo possível sobre o assunto abordado, mas fornecer aos estudantes os principais conceitos para que eles possam analisar e construir sua própria compreensão.

Em relação a apresentar linguagem clara e terminologia correta, foi verificado que as sugestões dos avaliadores envolveram adequações na forma de escrita do conteúdo, pontuação, concordância, inserção e substituição de alguns termos. De acordo com Vituri e Matsuda (2009) [34], o conteúdo de um instrumento deve ser claro e conciso de modo que todos os envolvidos no estudo possam compreendê-lo corretamente, evitando mal-entendidos. Assim, é importante que se utilize uma linguagem o mais simples possível, principalmente quando se pretende desenvolver um instrumento voltado para a educação. Diante disso, todas as sugestões foram acatadas e o conteúdo dos itens foram reformulados com o objetivo de torná-los mais claro e acessível.

A maior parte dos juízes concordaram que as figuras eram claras e didáticas, no entanto, foram sugeridas alterações em algumas imagens, a fim de torná-las mais compreensíveis para os alunos. Além disso, foi solicitada a adição de mais uma figura que ilustrasse melhor um procedimento realizado durante a prática. Diante disso, as sugestões foram acatadas e as imagens foram aperfeiçoadas. Diversos autores declaram que em uma atividade POGIL é fundamental que haja a presença de ilustrações, como imagens, tabelas e gráficos, e que essas sejam compreensíveis e atrativas. Tudo isso, visando facilitar o entendimento dos alunos, despertar maior interesse e auxiliá-los na exploração inicial e criação de conceitos [11, 14, 29].

Quanto a apresentar informações suficientes para exploração inicial e elaboração de conceitos, foi verificado que no segundo modelo alguns avaliadores solicitaram que os termos de “fase normal” e “fase reversa” fossem mais explorados e os parâmetros referentes ao conjunto de condições específicas relacionados ao valor de fator de retenção (R_f) fossem exemplificados. Além disso, no modelo três, os juízes sugeriram que fossem discutidos os métodos utilizados para revelação da placa de CCDA. Tais sugestões foram acatadas pelos autores por se tratar de tópicos extremamente relevantes na cromatografia e que não poderiam deixar de serem abordados.

A grande maioria dos juízes demonstraram concordar totalmente que o conteúdo apresentado nos modelos auxilia na resolução das questões. No entanto, foi sugerido apenas que fosse melhor esclarecido o conteúdo relacionado a questão “pratique”, presente no modelo três. Já com relação as questões pós-laboratório, todos os avaliadores concordaram totalmente que elas são importantes para que o aluno aprofunde seus conhecimentos sobre a prática de CCDA. Ainda assim, sugeriram alterações na escrita da questão 5, de modo a deixá-la mais compreensível. As sugestões foram acatadas, já que essas questões são uma ótima ferramenta para potencializar o aprendizado dos alunos, pois, permitem que eles reforcem e ampliem o conhecimento adquirido no laboratório [35].

3.2.2 Segunda rodada de avaliação

Após a primeira rodada Delphi, o instrumento foi reformulado com base nas sugestões e orientações emitidas pelos juízes e foi dado início a segunda rodada. Nessa, foi enviado aos cinco juízes o instrumento reformulado, juntamente com o formulário de validação, contendo os mesmos itens que foram julgados na primeira rodada para que fossem reavaliados. Também foi encaminhado um documento contendo a análise estatística dos itens (conforme apresentado na

tabela anterior) e o feedback de todas as alterações realizadas no instrumento. Esse procedimento foi realizado para que os avaliadores tomassem conhecimento das orientações emitidas por cada juiz na primeira rodada sem ser revelado a identidade de nenhum deles.

Depois de analisarem o novo instrumento, os juízes enviaram suas avaliações e foi realizada novamente a análise estatística de todos os itens. Após a análise, observou-se que todos os itens do novo instrumento obtiveram um percentual de concordância (IVC) de 100%, como pode ser observado na Tabela 3. Assim, nessa segunda rodada o roteiro semiestruturado no formato POGIL foi validado mantendo em sua estrutura os três modelos iniciais e as questões pós-laboratório.

Tabela 3: Consenso do julgamento dos especialistas quanto aos itens presentes no roteiro semiestruturado no formato POGIL durante a segunda rodada Delphi.

Itens de avaliação do POGIL	Escala de Likert					IVC
	1	2	3	4	5	
Modelo 1						
1.1 Segue o ciclo de aprendizagem de karplus	-	-	-	-	100%	100%
1.2 São importantes para o entendimento da prática de CCDA	-	-	-	-	100%	100%
1.3 Foram descritas com linguagem clara e terminologia correta	-	-	-	-	100%	100%
1.4 Apresenta figuras claras e didáticas	-	-	-	-	100%	100%
1.5 São suficientes para a exploração inicial e elaboração de conceitos	-	-	-	-	100%	100%
1.6 O conteúdo apresentado no modelo auxilia na resolução das questões	-	-	-	-	100%	100%
Modelo 2						
2.1 Segue o ciclo de aprendizagem de karplus	-	-	-	-	100%	100%
2.2 São importantes para o entendimento da prática de CCDA	-	-	-	-	100%	100%
2.3 Foram descritas com linguagem clara e terminologia correta	-	-	-	-	100%	100%
2.4 Apresenta figuras claras e didáticas	-	-	-	-	100%	100%
2.5 São suficientes para a exploração inicial e elaboração de conceitos	-	-	-	-	100%	100%
2.6 O conteúdo apresentado no modelo auxilia na resolução das questões	-	-	-	-	100%	100%
Modelo 3						
3.1 Segue o ciclo de aprendizagem de karplus	-	-	-	-	100%	100%
3.2 São importantes para o entendimento da prática de CCDA	-	-	-	-	100%	100%
3.3 Foram descritas com linguagem clara e terminologia correta	-	-	-	40%	60%	100%
3.4 Apresenta figuras claras e didáticas	-	-	-	-	100%	100%
3.5 São suficientes para a exploração inicial e elaboração de conceitos	-	-	-	20%	80%	100%
3.6 O conteúdo apresentado no modelo auxilia na resolução das questões	-	-	-	20%	80%	100%
Questões pós-laboratório						
4.1 São importantes para que o aluno aprofunde seus conhecimentos sobre a prática de CCDA	-	-	-	-	100%	100%
4.2 Foram descritas com linguagem clara e terminologia correta	-	-	-	-	100%	100%

1 (discorda totalmente); 2 (discorda parcialmente); 3 (não concorda nem discorda); 4 (concorda parcialmente); 5 (concorda totalmente); IVC (índice de validade de conteúdo).

Mesmo que a técnica Delphi não seja comumente encontrada na literatura para validar um instrumento mais extenso como uma atividade POGIL, optou-se por utilizar esse método por ser muito confiável e amplamente utilizado em diversas áreas como educação e saúde para desenvolver e validar diversos instrumentos. Nesse contexto, observa-se que o presente estudo é extremamente relevante, pois, além de mostrar que é possível validar um roteiro de atividade prática como o POGIL, oferece todos os passos a serem seguidos tanto na construção como na validação, para que qualquer outro pesquisador possa reproduzi-lo.

4. CONCLUSÃO

O presente estudo desenvolveu e validou um roteiro semiestruturado no formato POGIL sobre a prática de Cromatografia em Camada Delgada Analítica (CCDA), por meio da técnica Delphi. O instrumento foi validado em duas rodadas Delphi, obtendo valor de concordância de 100%. Esse instrumento poderá ser utilizado em futuras pesquisas onde se deseje avaliar a aplicação da metodologia POGIL em aulas práticas de química, com a finalidade de verificar sua efetividade como uma alternativa para o ensino tradicional. Além disso, ele também poderá ser utilizado como material didático em diversos laboratórios de Química, onde seja abordada a prática em questão.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Llanos J, Fernández-Marchante CM, García-Vargas JM, Lacasa E, De La Osa AR, Sanchez-Silva ML, et al. Game-based learning and just-in-time teaching to address misconceptions and improve safety and learning in laboratory activities. *J Chem Educ.* 2021 Oct 2;98(10):3118-30. doi: 10.1021/acs.jchemed.0c00878
2. Kelley EW. Reflections on three different high school chemistry lab formats during covid-19 remote learning. *J Chem Educ.* 2020 Aug 8;97(9):2606-16. doi: 10.1021/acs.jchemed.0c00814
3. Gao R, Lloyd J, Emenike BU, Quarless D, Kim Y, Emenike ME. Using guiding questions to promote scientific practices in undergraduate chemistry laboratories. *J Chem Educ.* 2021 Nov 8;98(12): 3731-38. doi: 10.1021/acs.jchemed.1c00003
4. Gorman SA, Holmes K, Brooke G, Pask CM, Mistry N. Repurposing an introductory organic and inorganic laboratory course from the focus on teaching theory to the focus on teaching practical technique. *J Chem Educ.* 2021 Jun 8;98(6):1910-8. doi: 10.1021/acs.jchemed.0c01210
5. Carmel JH, Herrington DG, Posey LA, Ward JS, Pollock AM, Cooper MM. Helping students to “do science”: Characterizing scientific practices in general chemistry laboratory curricula. *J Chem Educ.* 2019 Mar 12;96(3):423-34. doi: 10.1021/acs.jchemed.8b00912
6. Quiroga MDM, Choate JK. A virtual experiment improved students' understanding of physiological experimental processes ahead of a live inquiry-based practical class. *Adv Physiol Educ.* 2019;43:495-503. doi: 10.1152/advan.00050.2019
7. Veale CGL, Jeena V, Sithebe S. Prioritizing the development of experimental skills and scientific reasoning: A model for authentic evaluation of laboratory performance in large organic chemistry classes. *J Chem Educ.* 2020 Mar 10;97(3):675-80. doi: 10.1021/acs.jchemed.9b00703
8. Ho K, Smith SR, Venter C, Clark DB. Case study analysis of reflective essays by chemistry post-secondary students within a lab-based community service learning water project. *Chem Educ Res and Practice.* 2021 Jul 13;22(4):973-84. doi: 10.1039/d1rp00123j
9. Tekkumru-Kisa M, Stein MK, Schunn C. A framework for analyzing cognitive demand and content-practices integration: Task analysis guide in science. *J Res Sci Teach.* 2015 May 1;52(5):659-85. doi: 10.1002/tea.21208
10. Seery MK, Jones AB, Kew W, Mein T. Unfinished recipes: Structuring upper-division laboratory work to scaffold experimental design skills. *J Chem Educ.* 2019 Jan 8;96(1):53-9. doi: 10.1021/acs.jchemed.8b00511
11. Simonson SR. An introduction to process oriented guided inquiry learning for those who wish to empower learners. United States of America: Stylus Publishing; 2019. 478 p.
12. Ruder S, Brown PJP, Stanford C. Developing POGIL materials: Writing and refining activities for a spectrum of content areas. *J Excell Coll Teach.* 2020;31(1): 195-228.

13. Vincent-Ruz P, Meyer T, Roe SG, Schunn CD. Short-term and long-term effects of POGIL in a large-enrollment general chemistry course. *J Chem Educ.* 2020 May 12;97(5):1228-38. doi: 10.1021/acs.jchemed.9b01052
14. Pereira LF, Barroso MT, Oliveira FJVE. A metodologia ativa POGIL para a compreensão conceitual do equilíbrio químico no ensino médio. *Góndola, Enseñanza y Aprendizaje de las Ciencias.* 2021 Ago;16(2):294-311. doi: 10.14483/23464712.16246
15. Karplus R. Science teaching and the development of reasoning. *J Res Sci Teach.* 1977;14(2):169-75. doi: 10.1002/tea.3660140212
16. Chase A, Pakhira D, Stains M. Implementing process-oriented, guided-inquiry learning for the first time: Adaptations and short-term impacts on students' attitude and performance. *J Chem Educ.* 2013 Apr 9;90(4):409-16. doi: 10.1021/ed300181t
17. Stanford C, Moon A, Towns M, Cole R. Analysis of instructor facilitation strategies and their influences on student argumentation: A case study of a process oriented guided inquiry learning physical chemistry classroom. *J Chem Educ.* 2016 Sep 13;93(9):1501-13. doi: 10.1021/acs.jchemed.5b00993
18. Hunnicutt SS, Grushow A, Whitnell R. Guided-inquiry experiments for physical chemistry: The POGIL-PCL model. *J Chem Educ.* 2015 Feb 10;92(2):262-8. doi: 10.1021/ed5003916
19. Romain B, Geliebter A. A Process-Oriented Guided-Inquiry Learning (POGIL)-based curriculum for the experimental psychology laboratory. 2020 Jul 1;19(2):194-206. doi: 10.1177/1475725720905973
20. Walker L, Warfa ARM. Process Oriented Guided Inquiry Learning (POGIL®) marginally effects student achievement measures but substantially increases the odds of passing a course. *Plos One.* 2017 Oct 1;12(10). doi: 10.1371/journal.pone.0186203
21. Canelas DA, Hill JL, Carden RG. Cooperative learning in large sections of organic chemistry: transitioning to POGIL. *Active Learning in Organic Chemistry: Implementation and Analysis.* 2019;96(3): 423-34. doi: 10.1021/bk-2019-1336.ch012
22. Muhammad M, Purwanto J. The effect of Process Oriented Guided Inquiry Learning (POGIL) on mathematical problem solving abilities. *Journal of Physics: Conference Series.* 2020. doi: 10.1088/1742-6596/1469/1/012171
23. Udu DA, John NS, Uwaleke CC, Chukwunonso OB, Phina AA, Attamah PC. Non-randomized trial of POGIL for improving undergraduates' academic achievement in science education. *Universal J Educ Res.* 2020 Sep 1;8(9):4019-27. doi: 10.13189/ujer.2020.080927
24. Almanasreh E, Moles R, Chen TF. Evaluation of methods used for estimating content validity. Vol. 15, *research in social and administrative pharmacy.* 2018 Mar 27;15(2):214-21. doi: 10.1016/j.sapharm.2018.03.066
25. Yusoff MSB. ABC of content validation and content validity index calculation. *Educational Resource.* 2019 Jun 28; 11(2):49-54. doi: 10.21315/eimj2019.11.2.6
26. Charro E. A curricular Delphi study to improve the science education of secondary school students in Spain. *J Res Sci Teach.* 2021 Feb 1;58(2):282-304. doi: 10.1002/tea.21655
27. Francis CE, Longmuir PE, Boyer C, Andersen LB, Barnes JD, Boiarskaia E, et al. The Canadian Assessment of Physical literacy: Development of a model of children's capacity for a healthy, active lifestyle through a Delphi process. *J Phys Act Health.* 2016 Feb 1;13(2):214-22. doi: 10.1123/jpah.2014-0597
28. Olsen AA, Wolcott MD, Haines ST, Janke KK, McLaughlin JE. How to use the Delphi method to aid in decision making and build consensus in pharmacy education. *Curr Pharm Teach Learn.* 2021 Oct;13(10):1376-85. doi: 10.1016/j.cptl.2021.07.018
29. Eberlein T, Kampmeier J, Minderhout V, Moog RS, Platt T, Varma-Nelson P, White HB. Pedagogies of engagement in science. *Biochem Mol Biol Educ.* 2008 Jul 24;36(4):262-73. doi: doi.org/10.1002/bmb.20204
30. Marques JBV, De Freitas D. Método DELPHI: caracterização e potencialidades na pesquisa em Educação. *Pro-Posições.* 2018 Aug;29(2):389-415. doi: 10.1590/1980-6248-2015-0140
31. De Jesus EMS, Onozato T, Cardoso AV, Santana RS, Santos AS, Silva DT, et al. Desenvolvimento e validação de um instrumento avaliativo da assistência farmacêutica hospitalar. *Bras Farm Hosp.* 2015 Dez;6(4):6-11.
32. Siqueira JP, Guimarães EAA, De Oliveira VJ, Gontijo TL, Quites HFO, Amaral GG, et al. Conocimiento de los profesionales de la salud sobre la vacunación en gestantes: construcción y validación de contenido de un instrumento. *Rev Cuidarte.* 2019 Dec 19;11(1):1-15. doi: 10.15649/cuidarte.872
33. Coluci MZO, Alexandre NMC, Milani D. Construção de instrumentos de medida na área da saúde. *Cien Saude Colet.* 2015 Mar;20(3):925-36. doi: 10.1590/1413-81232015203.04332013

34. Vituri DW, Matsuda LM. Validação de conteúdo de indicadores de qualidade para avaliação do cuidado de enfermagem. *Rev Esc Enferm USP*. 2009 Jun;43(2):429-37. doi: 10.1590/S0080-62342009000200024
35. Moozeh K, Farmer J, Tihanyi D, Evans GJ. Learning beyond the laboratory: a web application framework for development of interactive postlaboratory exercises. *J Chem Educ*. 2020 May 12;97(5):1481-6. doi: 10.1021/acs.jchemed.9b00756

6. ANEXO

ROTEIRO SEMIESTRUTURADO NO FORMATO POGIL

CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA ANALÍTICA (CCDA)

(Como realizar a separação de misturas utilizando métodos cromatográficos?)

A cromatografia é um método de separação, purificação ou análise de fármacos, como também de outros componentes em uma mistura muito utilizado atualmente (do grego: *chroma*, cor + *graphein*, escrever). Essa técnica foi desenvolvida pela primeira vez no início do século XX, pelo botânico russo Mikhail Tswett, enquanto produzia uma separação colorida de pigmentos vegetais através de uma coluna de vidro. A partir de então, a cromatografia se tornou uma ferramenta indispensável em diversos laboratórios.

OBJETIVOS DE APRENDIZAGEM

- Compreender o processo de separação de substâncias orgânicas em uma mistura a partir de princípios básicos de cromatografia;
- Analisar os pigmentos de pimentões por cromatografia em camada delgada analítica (CCDA).

MODELO 1: PRINCÍPIOS BÁSICOS DE CROMATOGRAFIA

A cromatografia é uma técnica de separação comumente utilizada para analisar e identificar substâncias químicas presentes em uma mistura. Existem vários tipos de cromatografia utilizados atualmente, dentre eles, as cromatografias planas: cromatografia em papel (CP) e cromatografia em camada delgada analítica (CCDA); e as cromatografias em coluna: cromatografia gasosa (CG), e cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE). A seleção do tipo de cromatografia adequada depende, principalmente, da amostra que será analisada.

Ela é composta por duas fases: a fase móvel e a fase estacionária. O processo de separação das substâncias ocorre devido a diferença de interações entre os componentes da mistura e as duas fases. Desse modo, à medida que a fase móvel passa pela fase estacionária, os componentes da mistura se separam com base em suas afinidades particulares em cada fase. Os componentes que interagem pouco com a fase estacionária são arrastados facilmente pela fase móvel e aqueles com maior interação ficam mais retidos nela (Figura 1).

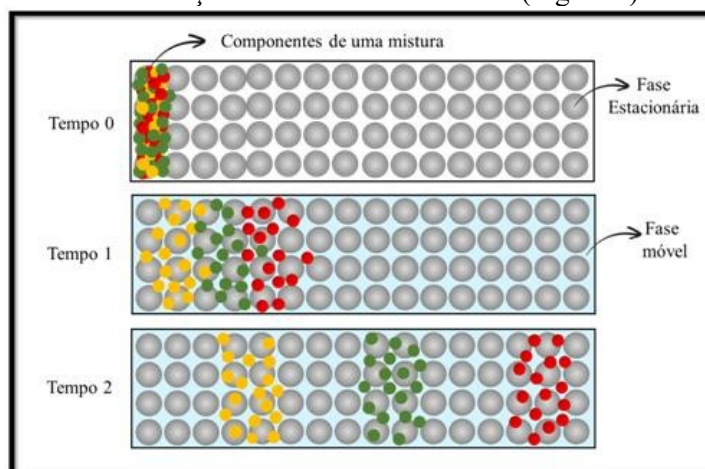


Figura 1 - Demonstração genérica de uma separação de componentes de uma mistura por método cromatográfico. Tempo 0– Componentes da mistura em contato inicial com a fase estacionária, antes da passagem da fase móvel; Tempo 1– Início da separação dos

*componentes da mistura pela passagem da fase móvel pela fase estacionária; Tempo 2–
Separação dos componentes da mistura pela passagem da fase móvel, devido a diferença de
interações entre a fase móvel e estacionária.*

Perguntas de Análise Crítica (PAC)

1. (QE) Como se dá a separação dos componentes de uma mistura pelo método cromatográfico?
2. Examine a separação dos três componentes da mistura demonstrados na Figura 1 e responda o que se pede a seguir:
 - a. Qual componente tem maior interação com a fase estacionária?
 - b. Qual componente tem maior interação com a fase móvel?
 - c. Qual componente migra com maior velocidade durante o processo cromatográfico? Por que você acha que isso ocorre?
3. Cite alguns critérios que devem ser levados em consideração na escolha da fase móvel e estacionária.

MODELO 2: CROMATOGRAFIA EM CAMADA DELGADA ANALÍTICA (CCDA)

Dentre os métodos cromatográficos existentes, a cromatografia em camada delgada analítica (CCDA) destaca-se por ser um método rápido, de fácil entendimento e com um grande poder de reprodutibilidade. Além disso, ela pode ser aplicada para diversas finalidades, como: auxiliar na determinação da pureza de uma substância; identificar substâncias em uma mistura, comparando-as com padrões; acompanhar o progresso de uma reação pelo aparecimento dos produtos e desaparecimento dos reagentes e no auxílio de outra técnica cromatográfica.

A CCDA de fase normal, isto é, a fase estacionária sendo polar e a fase móvel apolar é classificada como sendo uma cromatografia de adsorção sólido-líquido. Nesse caso, a separação é baseada, principalmente, em atrações eletrostáticas ou dipolares (forças de Van der Waals) entre a superfície da fase estacionária (sólido) e os componentes a serem separados da fase móvel (líquido). Neste processo, quanto maior for a afinidade dos componentes pela fase estacionária, mais lento será o seu movimento.

A placa da CCDA é constituída por uma fina camada de adsorvente (fase estacionária) que reveste um suporte de apoio, que pode ser de plástico, vidro ou alumínio. Quando uma placa de camada delgada é colocada na vertical em um recipiente contendo solvente (fase móvel), esse sobe pela camada do adsorvente por meio de ação capilar, promovendo a separação dos componentes da mistura. (Figura 2).

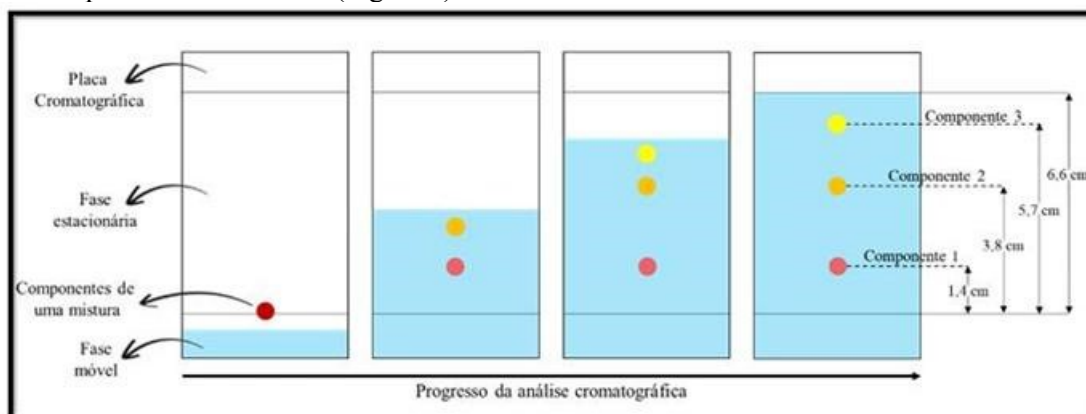


Figura 2 - Progresso de uma análise cromatográfica em CCDA. Observa-se a eluição dos componentes de uma mistura devido a diferença de interação entre eles e as duas fases móvel e estacionária.

Informações importantes (Para memorizar)

- ✓ Quando a fase estacionária é mais polar que a fase móvel, a cromatografia é chamada de cromatografia de **fase normal**. Nesse caso, os componentes da mistura com menor polaridade eluem (sobem) mais rapidamente ao passo que os mais polares eluem mais lentamente. Na situação inversa, ou seja, quando a fase estacionária apresenta menor polaridade que a fase móvel, a cromatografia recebe a denominação de cromatografia de **fase reversa**. Dessa forma, os componentes com maior polaridade eluirão mais rapidamente e os de menor polaridade eluirão mais lentamente.

Sob um conjunto de condições específicas, como: as fases móvel e estacionária, a quantidade de amostra utilizada, a espessura da camada adsorvente e a temperatura se mantêm constantes, determinado composto sempre percorre uma distância fixa relativa à distância que a frente do solvente percorre. A proporção entre a distância que o componente percorre e a distância que a frente do solvente percorre é denominado de R_f . O símbolo R_f se refere a “*retardation fator*” (fator de atraso) ou “*ration to front*” (razão até a frente), e é expresso como uma fração decimal.

$$R_f = \frac{\text{Distância percorrida pela substância}}{\text{Distância percorrida pela frente de solvente}}$$

Quando as condições de medição são completamente especificadas, o valor de R_f é constante para qualquer substância dada, e corresponde a uma propriedade física.

Perguntas de Análise Crítica (PAC)

4. (QE) Quais as vantagens de se utilizar a CCDA?
5. (QE) Qual a diferença entre a cromatografia de fase normal e a de fase reversa?
6. A partir da observação da análise cromatográfica na Figura 2, responda:
 - a) Por que alguns componentes eluíram para a parte superior da placa cromatográfica e outras permaneceram perto do início da placa? (Explique com base nas interações dos componentes com a fase móvel e a fase estacionária).
 - b) Sabendo-se que a cromatografia, representada na Figura 2, é de FASE NORMAL, qual dos componentes é o mais polar e qual o menos polar? Justifique.
 - c) Se você optasse por realizar uma cromatografia de FASE REVERSA, os resultados seriam os mesmos? Quais as prováveis localizações dos componentes 1, 2 e 3? Explique.
 - d) Calcule o valor de R_f de todos os componentes (1, 2 e 3) da análise cromatográfica.

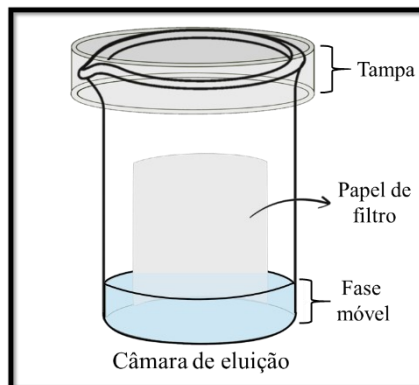
MODELO 3: ANÁLISE EM CCDA

Para a análise em CCDA de uma amostra é necessário seguir algumas etapas que serão apresentadas a seguir:

Etapa 1: Preparo da câmara de eluição

Inicialmente, você deve cortar metade de um papel de filtro e adicioná-lo na lateral interna da câmara. Em seguida, o solvente (fase móvel) deve ser preparado e adicionado à câmara, umedecendo o papel de filtro adicionado anteriormente. Isso é importante pois o papel de filtro mantém o recipiente saturado com os vapores do solvente para que durante a eluição a fase móvel não evapore facilmente da placa. Por fim, você deve fechar a câmara (Figura 3).

Figura 3 - Demonstração de uma câmara de eluição.



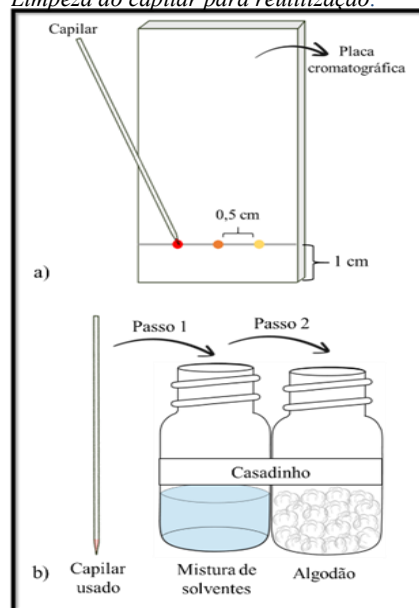
Perguntas de Análise Crítica (PAC)

- (QE) Qual a importância de umedecer o papel de filtro?
- O que pode acontecer se você não fechar a câmara de eluição após a adição do solvente? Como isso pode interferir durante a técnica cromatográfica?

Etapa 2: Aplicação da amostra

Marque uma linha reta horizontal de 1cm em cima da borda da placa. Após isso, aplique acima desta linha a amostra a ser analisada, com o auxílio de um capilar, separando os *spots* um do outro em aproximadamente 0,5 cm, como demonstrado na Figura 4 a. Basta tocar a superfície da placa que a solução será adsorvida naturalmente pela sílica (Não faça um ponto muito grande. Se achar que a quantidade da amostra foi pouca, faça aplicações sucessivas (duas ou três).

Figura 4 – a) Demonstração da aplicação da amostra em placa cromatográfica; b) Limpeza do capilar para reutilização.



Obs.: Sempre que for aplicar amostras diferentes, ter o cuidado de lavar o capilar com uma mistura de solventes e secar em algodão no mínimo três vezes (casadinho) conforme Figura 4 b.

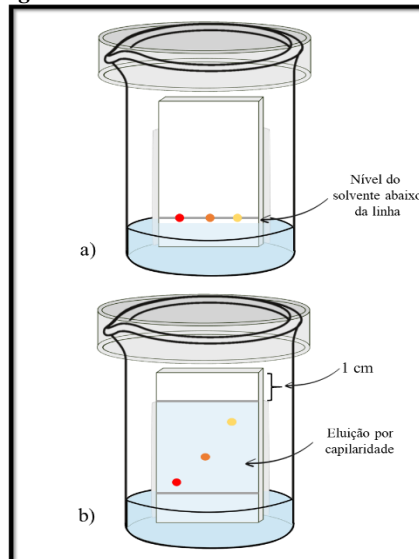
- Por que é importante adicionar pouca amostra à placa de CCDA?

Etapa 3: Eluição

Antes de adicionar a placa cromatográfica na câmara de eluição, você deve observar o nível do solvente, pois ele deve estar abaixo da linha onde as amostras foram aplicadas, caso contrário, a amostra será dissolvida na fase móvel antes de ocorrer a eluição (Figura 5 a).

Após isso, coloque a placa cromatográfica dentro da câmara de eluição com o auxílio de uma pinça, feche a câmara e acompanhe a eluição da placa até que a “frente” do solvente atinja aproximadamente 1,0 cm antes do final da placa (Figura 5 b). Marque esta localização, pois você vai precisar dessa medida.

Figura 5 - Análise em CCDA de três amostras.



Imediatamente, retire-a e deixe o solvente evaporar totalmente (se necessário use a capela).

10. (QE) O que acontece se o nível do solvente estiver acima da linha onde as amostras foram aplicadas?
11. O que ocorre se você esquecer de retirar a placa antes que a “frente” do solvente atinja a marca final da placa?

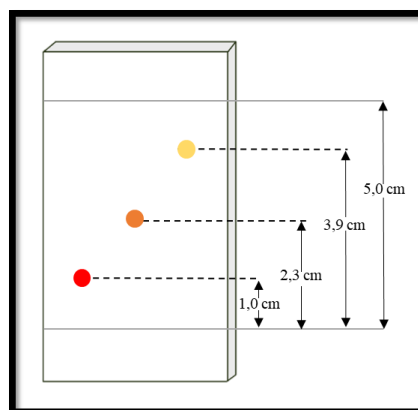
Etapa 4: Análise da separação

Se os componentes da amostra forem coloridos, eles podem ser observados diretamente após a eluição. No entanto, quando as substâncias são incolores elas podem ser visualizadas pela utilização de reveladores, que podem ser físicos ou químicos. Como método físico, a luz ultravioleta é a mais utilizada. Já os métodos químicos compreendem a utilização de reagentes diversos como vapores de iodo, vanilina, ácido sulfúrico, etc.

Com a plaquinha seca, coloque-a na câmara de UV para revelação das manchas (antes observe que algumas manchas podem ser naturalmente coloridas). As placas deverão ser reveladas primeiramente com lâmpada ultravioleta. **Cuidado! Não olhar diretamente para a fonte de luz.** Os contornos das manchas observadas deverão ser marcados com o auxílio de um lápis e, em seguida, as placas deverão ser reveladas aplicando solução de vanilina seguida de aquecimento numa placa.

Uma vez visível, o valor de R_f de cada componente pode ser calculado. Você deve medir a distância que cada componente percorreu e a distância que a “frente do solvente” percorreu (Figura 6). Após isso, aplique esses valores à fórmula apresentada no modelo 2.

Figura 6 - Separação dos componentes de uma mistura com a medida das suas respectivas distâncias percorridas.



12. (QE) Quais os métodos utilizados para revelação de substâncias incolores?

Pratique!

13. Agora é sua vez! Nessa prática você realizará a análise em CCDA de extratos de pimentões utilizando como fase móvel uma mistura binária hexano:acetona 5%. Em sua bancada há três tipos de pimentões (vermelho, amarelo e verde) em processo de extração. Finalize a extração desses pimentões seguindo o procedimento apresentado a seguir:
 - 13.1 Realize uma filtração simples para separar o material vegetal, que está em maceração, do solvente orgânico;

Obs: As misturas se encontram assim porque, após a maceração, o material vegetal precisa permanecer em contato com o solvente orgânico por 1 hora para garantir uma melhor extração dos pigmentos dos pimentões.
 - 13.2 Pegue a parte líquida, obtida da filtração simples, e coloque em um funil de separação para separar a fase orgânica da fase aquosa;
 - 13.3 Na fase orgânica, coloque um pouco de sulfato de sódio (agente secante) para retirar os resquícios de água;
 - 13.4 Realize novamente uma filtração simples para separar o sulfato de sódio da fase orgânica;
 - 13.5 Leve a fase orgânica para o banho maria para a concentração do extrato (aproximadamente 1 mL de volume).

14. Faça a análise dos extratos por CCDA, seguindo todos os passos que você aprendeu no modelo 3.

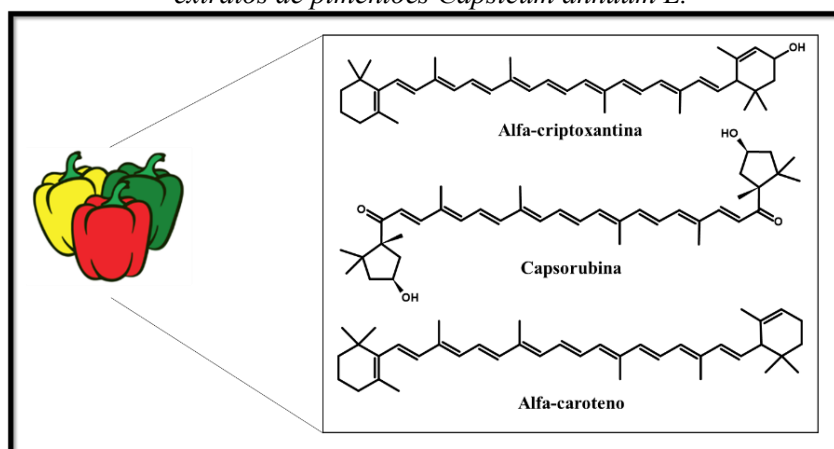
Materiais:

- Extratos vegetais de pimentões verde, amarelo e vermelho (*Capsicum annuum* L.);
- Solventes orgânicos: mistura binária hexano:acetona 5%;
- Papel de filtro;
- Pipeta de Pasteur;
- Capilar de vidro
- Cuba de eluição;
- Placa de CCDA comercial;
- Funil simples e funil de separação;
- Bequer, Erlenmeyer, suporte universal e garra de sustentação.

Pós- Laboratório

1. Quais os principais fatores que afetam a ordem de eluição de uma substância em uma análise em CCDA?
2. O que aconteceria se você utilizasse uma fase móvel muito polar em uma placa cromatográfica de fase normal?
3. Nesse experimento você realizou a separação dos componentes de um extrato vegetal obtido a partir de pimentões. A visualização das manchas na placa cromatográfica analisada por você corresponde a um grupo de substâncias denominadas de carotenoides. Esses, podem ser subdivididos em: carotenos, que apresentam apenas átomos de carbono e hidrogênio, e as xantofilas, que apresentam grupos com oxigênio. Após o procedimento, você pôde observar a presença de manchas em três regiões diferentes da placa, uma delas corresponde aos carotenos a exemplo o alfa-caroteno, outra representa as xantofilas monooxigenadas como a alfa-criptoxantina e a outra refere-se as xantofilas polioxigenadas a exemplo a capsorubina. Diante disso, a partir da análise das suas estruturas, responda o que se pede a seguir.

Figura 7- Estruturas químicas de alguns carotenoides presentes em extratos de pimentões *Capsicum annuum* L.



- a) Classifique as substâncias em ordem crescente de polaridade.

- b) Calcule o valor de Rf de todos os componentes analisados durante a prática e relacione os seus resultados com a ordem de eluição dos componentes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- COLLINS, Carol H.; BRAGA, Gilberto L.; BONATO, Pierina. **Fundamentos de cromatografia**. 1 ed. Campinas: UNICAMP, 2006.
- HARRIS, Daniel C.; LUCY, Charles A. **Análise química quantitativa**. 9 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2017.
- ENGEL, R. G. et al. **Química Orgânica experimental: técnicas de escala pequena**. Tradução da 3ª edição norte-americana. São Paulo: Cengage Learning, 2012.
- SIMÕES, Cláudia Maria Oliveira.; et al. (Org.). **Farmacognosia: do produto natural ao medicamento**. Porto Alegre: Artmed, 2017.
- SOLOMONS, T.W. Graham; SNYDER, C. R.; FRYHLE, Craig B. **Química orgânica vol.1**. 12 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2018.
- VOET, Donald; VOET, Judith. **Bioquímica**. 4 ed. Porto Alegre: Artmed, 2013.
- WEST, Donald M; HOLLER, F. James; CROUCH, Stanley R.; SKOOG, Douglas A. **Fundamentos de química analítica**. São Paulo: Cengage Learning, 2014.