Ficha de Unidade Curricular

Data: 23/05/2012

Ano Lectivo: 2011/2012
Unidade Curricular: 1487C1022 - Técnicas Separativas
Curso: 1487 - Química (1.º Ciclo)
Ano Curricular: 2 Período: Módulo 3

Área CNAEF: 442 - Química
Área Científica: 13.3 - Chemistry
ECTS: 5

Resumo Descritivo

Esta disciplina integra-se na formação sólida e equilibrada em química dos alunos de MICF e Química, constituindo a base para o reconhecimento de e implementação de boas práticas de análise, bem como a base para a formação em sistemas biológicos, química dos medicamentos e das substâncias que entram na sua composição e ainda a interacção entre medicamentos e sistemas biológicos.

Competências a Desenvolver

Adquirir competência em cálculo, incluindo os aspectos como a análise de erros e estatística ou a estimativa de ordens de grandeza. Capacidade de reconhecer e implementar boas práticas científicas de análise.
Compreender princípios inerentes às técnicas separativas de extracção por solventes e em fase sólida, cromatografia e electroforese. Reconhecer e compreender instrumentação específica em cromatografia e electroforese. Saber escolher a técnica separativa mais adequada para um determinado tipo de análise.

Conteúdos Programáticos

1. Introdução
1.1 Calibração em métodos instrumentais: determinação de uma curva de calibração pelo método dos mínimos quadrados, e erros associados. Critérios de avaliação de métodos de análise. Sensibilidade. Limite de detecção e limite de quantificação. Gama dinâmica.
1.2. Ruído das medições em métodos instrumentais: químico e instrumental. Maximização da razão sinal/ruído.
2. Extracção por solventes. Introdução. Coeficiente de distribuição. Razão de distribuição.
Extracção de compostos orgânicos: técnicas de extracção líquido-líquido e com fase sólida.
Dependência da eficiência da extracção com o pH. A percentagem extraída.
Extracção de metais por solventes. Formação de pares iónicos. Formação de quelatos metálicos. O processo de extracção usando quelatos. Eficiência de separação de quelatos metálicos. Constante de extracção. Factor de separação. Efeito do pH na extracção de quelatos metálicos. pH1/2.
3. Cromatografia. Princípio da separação cromatográfica. Importância actual. Fase móvel e fase estacionária. Equilíbrio do soluto entre as duas fases. Classificação de técnicas cromatográficas: pelo tipo de suporte, pelo tipo de fase móvel e pelo tipo de interacção.
3.1. Técnicas de cromatografia plana: Cromatografia em camada fina e em papel. Factor de retenção.
3.2. Técnicas de cromatografia em coluna: Constante de distribuição. Cromatograma. Parâmetros cromatográficos. Factor de capacidade e factor de separação. Alargamento das bandas cromatográficas. Eficiência de uma coluna. Teoria do equilíbrio ou teoria dos pratos. Número de pratos teóricos e altura equivalente de um prato teórico. Teoria da velocidade. Equação de Van Deemter. Efeitos dos percursos múltiplos, da difusão longitudinal e de fenómenos de transferência de massa. Factor de resolução. Medição da largura de banda de picos cromatográficos. Largura de banda na base e largura de banda a meia altura. Factor de assimetria.
3.3.1. Cromatografia de gases (GC): Princípios da cromatografia de gases. Fase móvel. Tipos de colunas. Fases estacionárias em GC. Programação de temperaturas em cromatografia de gases. Optimização das condições da separação.
Instrumentação. Gás de arrastamento. Injector split/splitless. Forno. Propriedades de um detector ideal. Detectores em GC: TCD, FID, ECD, MS.
3.3.2. Cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC). Aplicações. Colunas e fases estacionárias em cromatografia de partição. Suporte sólido: sílica gel. Fase normal e fase reversa. Composição do eluente em cromatografia de fase normal e reversa. Índice de polaridade. Eluição isocrática e eluição gradiente. Resinas de permuta catiónica e resinas de permuta aniónica. Fases móveis e força do eluente em cromatografia iónica. Factores que determinam a ordem de eluição. Cromatografia de afinidade e de exclusão molecular.
Instrumentação. Válvula de injecção. Bombas. Detectores: UV/Vis, índice de refracção, fluorescência, PDA. HPLC-MS. Detector de condutividade e supressores de iões em cromatografia iónica.
3.3.3. Cromatografia HPLC vs GC. Factores que afectam a eficiência da separação. Velocidade de eluente óptima para a separação cromatográfica. Comparação entre a curva de van Deemter para HPLC e para GC. Influência do diâmetro das partículas do enchimento, espessura de filme, diâmetro e comprimento da coluna, bem como coeficientes de difusão da fase móvel e da fase estacionária.
Manutenção de colunas cromatográficas aplicadas à cromatografia gasosa e à cromatografia líquida.
3.3. Cromatografia por fluidos supercríticos. Semelhanças e diferenças relativamente à cromatografia por HPLC e GC.
3.4. Análise quantitativa em cromatografia: Método do padrão externo, interno e de adição padrão.
4. Electroforese: princípios. Mobilidade electroforética. Electroforese capilar. Electroosmose. Mobilidade electroosmótica e mobilidade aparente. Comparação entre a eficiência em cromatografia líquida e em electroforese capilar. Número de pratos teóricos e resolução em electroforese capilar. Electrocromatografia capilar.
5. Escolha da técnica separativa mais adequada para um determinado tipo de análise. Evoluções tecnológicas.