

	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE SANTA CRUZ (UESC) CAMPUS SOANE NAZARÉ DE ANDRADE Rodovia Jorge Amado, Km 16, Bairro Salobrinho CEP 45662-900. Ilhéus-Bahia	
---	--	---

CÓDIGO		DISCIPLINA
DEX101252		Técnicas Cromatográficas de Análise
C/HORÁRIA	CRÉDITOS	PROFESSOR(A):
Teórica: 60	4	
Prática: -		
Total: 60h	4	
EMENTA	Histórico. Fenômeno da adsorção. Teoria da separação cromatográfica. Evolução da cromatografia em camada delgada. Cromatografia de camada delgada de ultra performance. Cromatografia a líquido de alta eficiência (CLAE). Preparo da amostra. Derivatização do analito. Avanços na CLAE: instrumentação e fases estacionárias da. Cromatografia em fase gasosa. Sistemas de introdução da amostra e discriminação de massa. Fatores de correção de resposta. Cromatografia a gás bidimensional. Estratégias de análises e validação de métodos cromatográficos.	
OBJETIVOS	• Ampliar a compreensão dos princípios teóricos inerentes aos métodos cromatográficos. • Promover a familiarização com a instrumentação utilizada nas técnicas cromatográficas. • Trabalhar a interpretação dos dados cromatográficos, inclusive a resolução de problemas comuns que possam surgir durante a análise. • Promover o trabalho colaborativo e entre os alunos para a resolução de problemas.	
METODOLOGIA	Aulas teóricas expositivas com auxílio de recursos audio-visuais e quadro. Estudos dirigidos aplicados, estudo de casos e resolução de exercícios.	
AVALIAÇÃO	A avaliação consistirá de aplicação de provas teóricas, seminários, com o propósito de verificar as habilidades adquiridas pelo aluno no decorrer do semestre letivo.	

CONTEÚDO PROGRAMÁTICO

Introdução

Apresentação. Histórico da cromatografia. Adsorção e competição por centros ativos na superfície de sólidos. Cromatografia de adsorção e de partição. Cromatografia de coluna. Cromatografia planar: Cromatografia de papel e de camada delgada.

Separação cromatográfica

Processo de eluição. Velocidade média de migração dos compostos numa coluna. Efeito de difusão. Efeito dos caminhos múltiplos. Transferência de massa. Picos gaussianos. Parâmetros de identificação de um pico. Medidas de retenção e resolução. Coeficiente de partição. Fatores que afetam o perfil de um pico. Medidas da eficiência numa coluna cromatográfica: altura e número de pratos teóricos. Equação de van Deemter.

Cromatografia a gás

Apresentação. Instrumentação. Pré-tratamento da amostra: diluição, extração, pré-concentração, derivatização de analitos. Introdução da amostra. Técnicas de injeção da amostra. Injetores: Injeção direta, Split, splitless, on column. Injeção com temperatura programada. Injeção Split/splitless é a discriminação de massa. Avanços nos sistemas de injeção da amostra. Colunas cromatográficas: Colunas empacotadas, colunas capilares. Efeitos das dimensões e características da coluna na performance cromatográfica. Avanços nos sistemas de detecção. Sistemas de Detecção: Detecção por condutividade térmica, detecção por ionização de chama, detector de captura eletrônica, detector fotoiônicos. Acoplamento a espectrometria de massas.

Cromatografia líquida de alta performance (CLAE)

Apresentação. Aplicações gerais. Instrumentação. Reservatório do eluente. Escolha do eluente. Força do eluente. Índice de polaridade de misturas de solventes. Eluição isocrática e por gradiente. Sistema de bombeamento: Tipos de bombas e pré-requisitos. Sistema de injeção da amostra. Tipos de colunas para CLAE. Tipos de fases estacionárias. Detectores seletivos e não seletivos. Influência da FE na detecção. Detecção por: índice de refração, UV-Vis. Fluorescência molecular, Condutividade, Espalhamento de luz. Derivatização aplicada às análises por CLAE. Cromatografia líquida de ultraperformance.

Análise por cromatografia a gás

Análise qualitativa: Comparação de tempos de retenção, índice de retenção. Análise quantitativa: altura ou área do pico como resposta analítica. Calibração: calibração externa, calibração externa com padrão interno, adição de padrão, normalização. Uso de fatores de correção de resposta.

Validação de métodos

Figuras de méritos analíticos: Faixa dinâmica linear, limites de detecção e de quantificação, razão sinal ruído, sensibilidade, repetitividade, reprodutibilidade, exatidão.

Apresentação de seminários e estudos de casos

Cromatografia bidimensional. Eficiência de sistemas de injeção de amostras. Fatores de respostas.

Cromatografia a fluido supercrítico. Cromatografia de camada delgada de alta performance.

Cromatografia de íons. Eletroforese capilar. Hifenação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. McNair, H.M.; Miller, J.M.; Snow, N.H. Basic gas chromatography, Third edition, John Wiley & Sons, Hoboken NJ, 2019.
2. HARRIS D. C., Análise química quantitativa, 10ª Edição, LTC, Rio de Janeiro – RJ, 2023. ISBN: 9788521638537.
3. SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, A.t. Princípios de análise instrumental, 7ª Ed., Cengage Learning, 2018. ISBN-10: 6075266550
4. Santos, N. G. P.; Medina, D. A, V.; Lanças, F. M. Development of Wall-Coated Open Tubular Columns and Their Application to Nano Liquid Chromatography Coupled to Tandem Mass Spectrometry, *Molecules*, v. 28, p. 5103, 2023. <https://doi.org/10.3390/molecules28135103>.
5. Atapattu S. N.; Temerdashev Azamat Recent advances in gas chromatography injection port derivatization in analytical method development, *Trends in Analytical Chemistry*, v. 168, p. 117334, 2023.
6. Trinklein, T. J.; Cain, C. N.; Ochoa, G. S.; Schoneich, S.; Mikaliunaite, L.; Synovec, R. E. Recent Advances in GC×GC and Chemometrics to Address Emerging Challenges in Nontargeted Analysis, *Anal. Chem.*, v. 95, p. 26, 2023. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.2c04235>
7. Zhao Y.; Zhua X.; Jianga W.; Liua H.; Wanga J.; Suna B. S. Natural and Artificial Chiral-Based Systems for Separation Applications, *Critical reviews in analytical chemistry*, <https://doi.org/10.1080/10408347.2021.1932408>.
8. Atapattu, S. N.; Temerdashev, A. Recent advances in gas chromatography injection port derivatization in analytical method development, *Trends in Analytical Chemistry*, v. 168, p. 117334, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2023.117334>
9. Wu, Y.; Zhang, N.; Luo, K.; Liu, Y.; Bai, Z.; Tang, S. Recent advances of innovative and high-efficiency stationary phases for chromatographic separations, *Trends in Analytical Chemistry*, v. 153, p. 116647, 2022.