

QFL 1423 –Química Orgânica Experimental

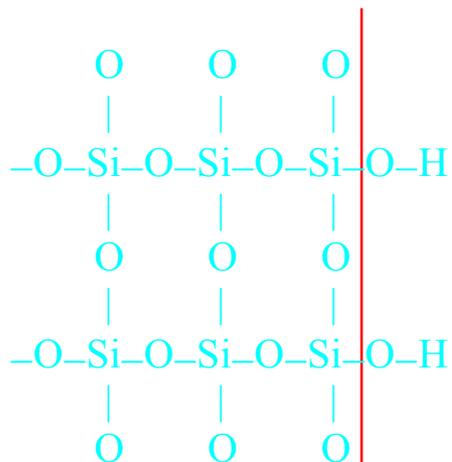
Técnicas Cromatográficas

Cromatografia

- IUPAC = Método físico de separação no qual os componentes a serem separados são distribuídos entre duas fases, uma das quais é estacionária (fase estacionária) enquanto a outra (fase móvel) se move numa direção definida.
- Não se limita a técnicas analíticas

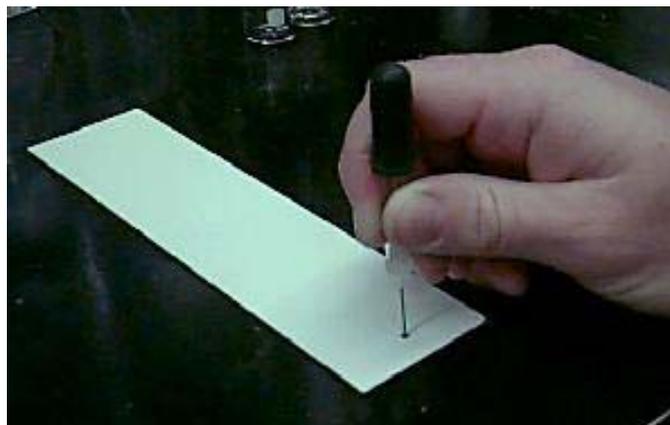
Cromatografia em Camada Delgada (CCD)

Fase Estacionária



$(\text{SiO}_2)_x$

superfície



aplicação



CCD

Fase estacionária: sílica (SiO_2), alumina (Al_2O_3), celulose, etc.

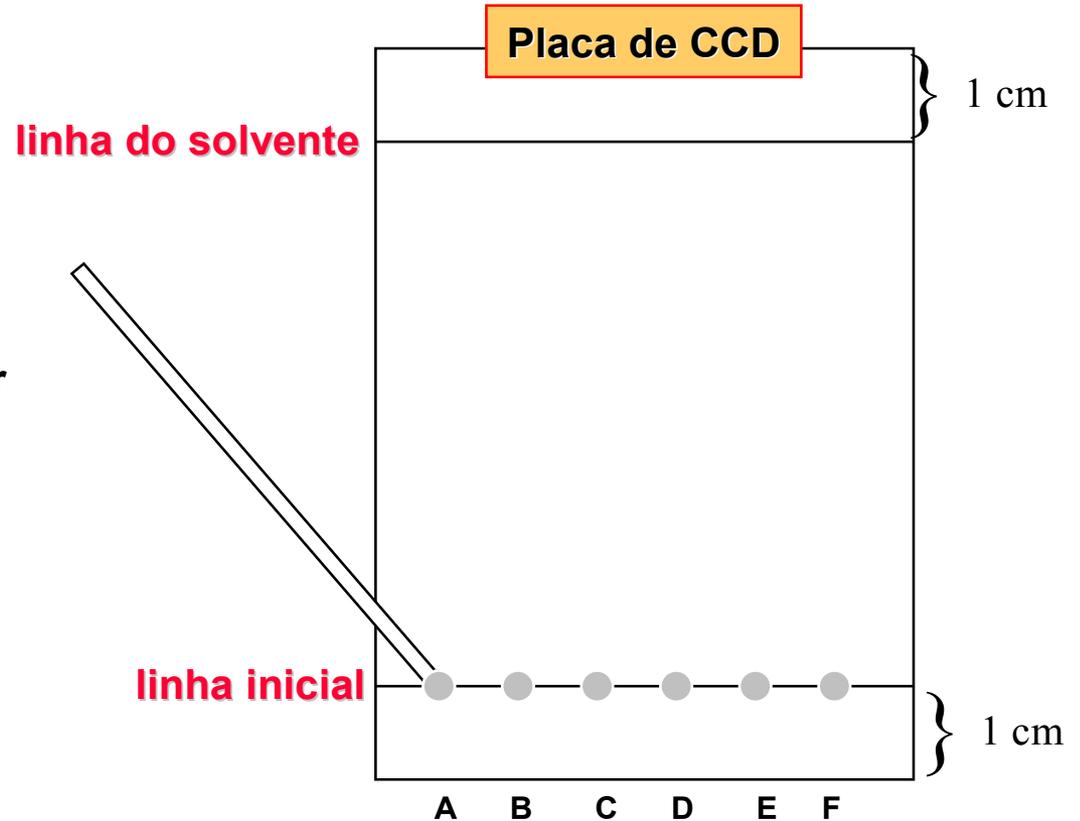
Fase móvel: solvente.

Força motriz: capilaridade.

Revelação: UV, câmara de I_2 , vanilina, anilina, etc.

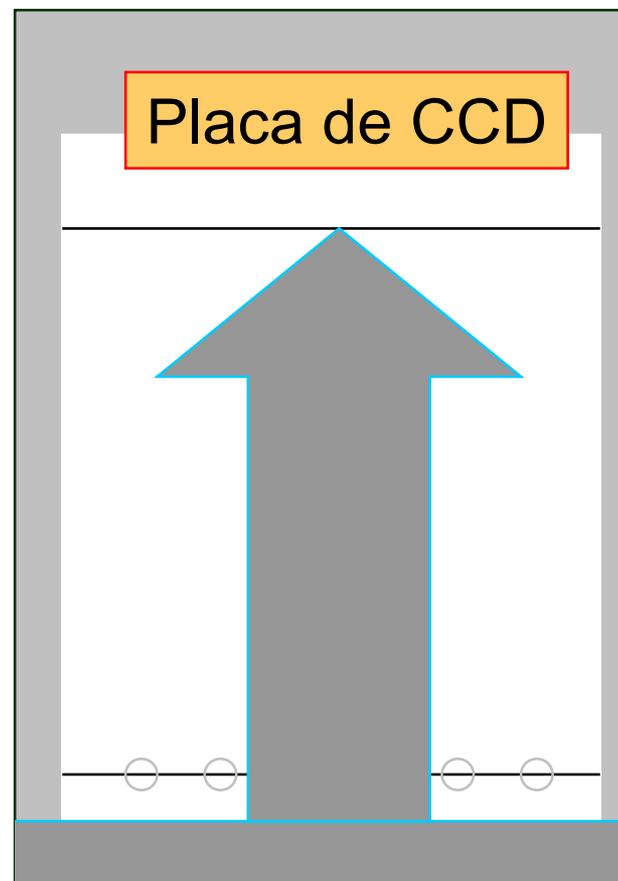
1. Aplicação da amostra

- A. Desenhe linhas-guia com um lápis
- B. Dissolva as amostras em um solvente adequado
- C. Use um capilar para aplicar as amostras e padrões na placa de CCD



2. Corrida

- A. Coloque a placa de CCD na cuba com o solvente**
- B. O solvente sobe por capilaridade e arrasta as amostras e padrões**
- C. Retire a placa quando o solvente atingir a linha superior**



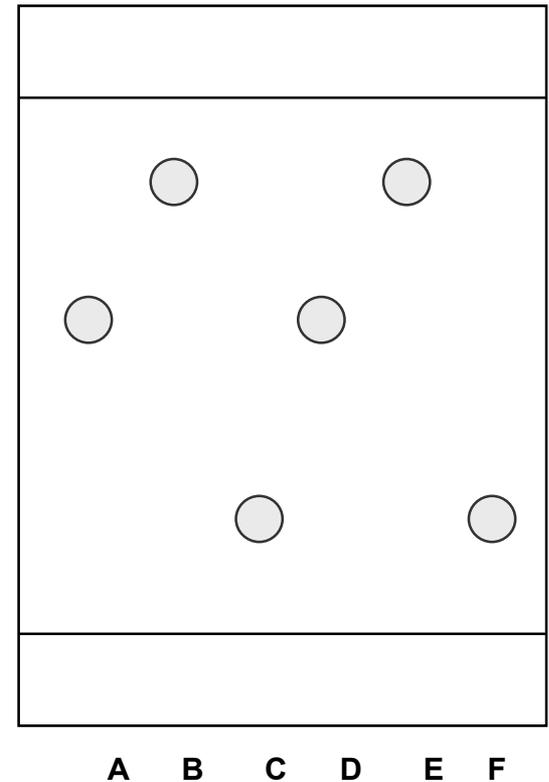
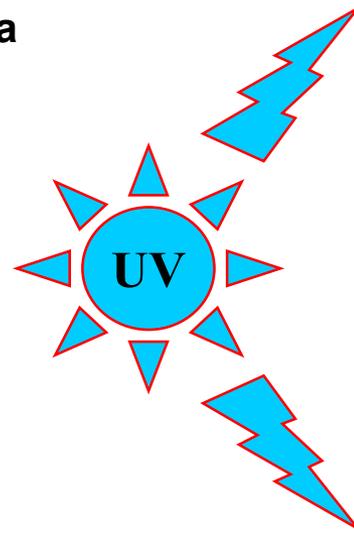
Câmara de CCD
uma cuba com solvente tampada

3. Revelação

A. Deixe o solvente evaporar da placa

B. Deixe a placa sob luz UV, em uma câmara de I_2 ou borrife um reagente de revelação específico

C. Marque as manchas com um lápis e guarde a placa

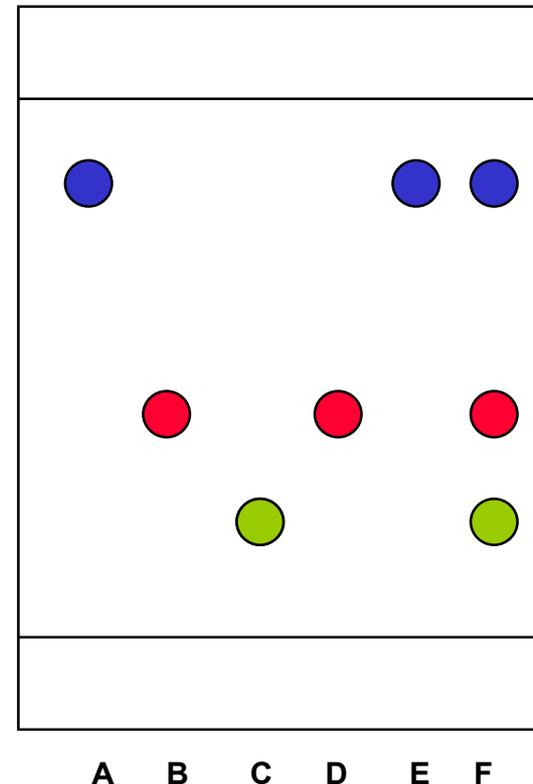


4. Determinação do Fator de Retenção (R_F)

A. Determine os R_F para cada mancha

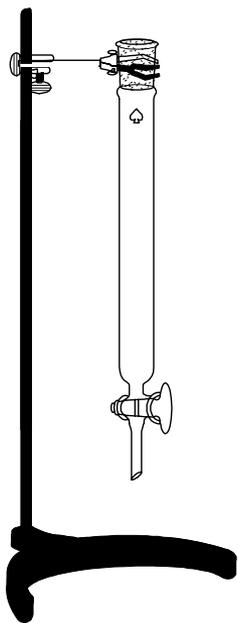
B. Use os valores de R_F para identificar os compostos de uma mistura

$$R_F = \frac{\text{distância do centro da mancha}}{\text{distância percorrida pelo solvente}}$$

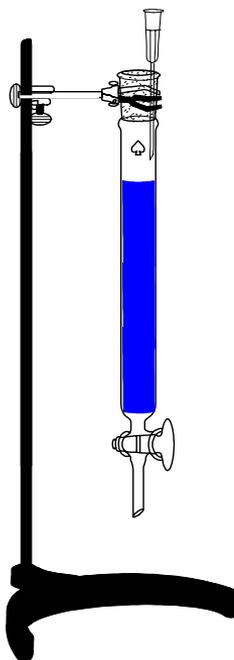


Cromatografia em Coluna

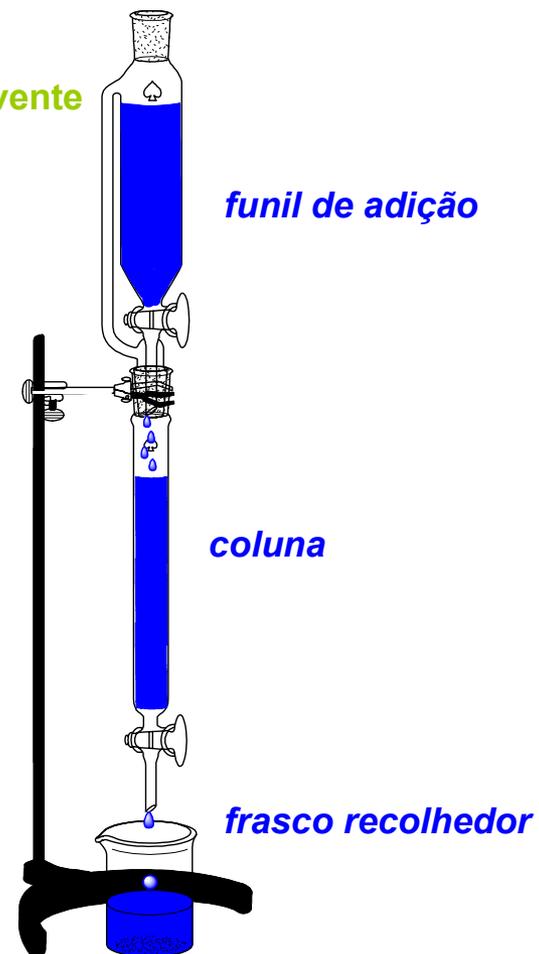
1. preencha a coluna com a fase estacionária



2. Aplique a amostra



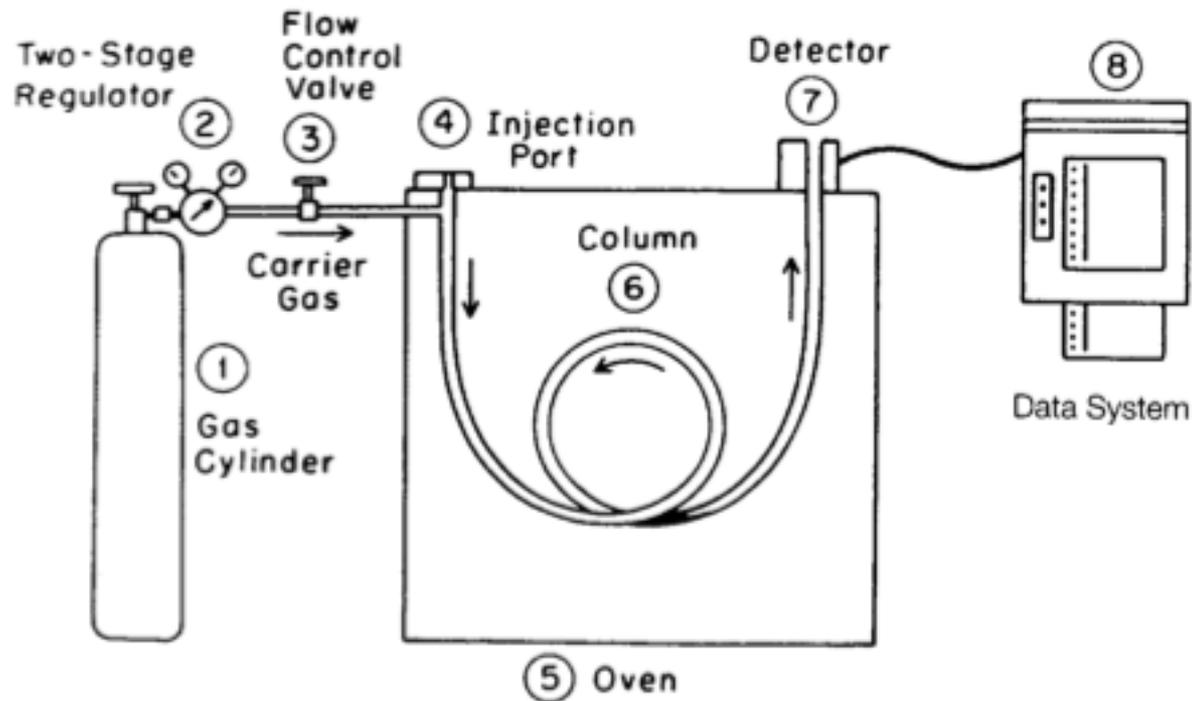
3. Corra o solvente



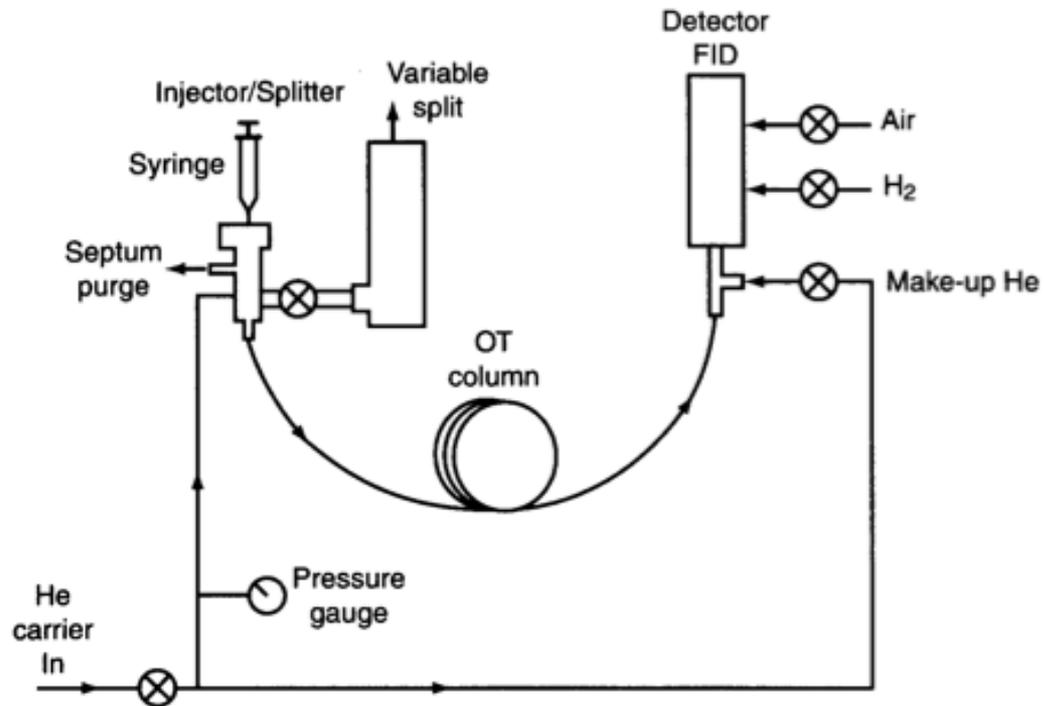
Fase estacionária: sílica (SiO_2), alumina (Al_2O_3), celulose, etc.
Fase móvel: solvente.
Força motriz: gravidade.

Cromatografia a Gás (ou Gás-Líquido)

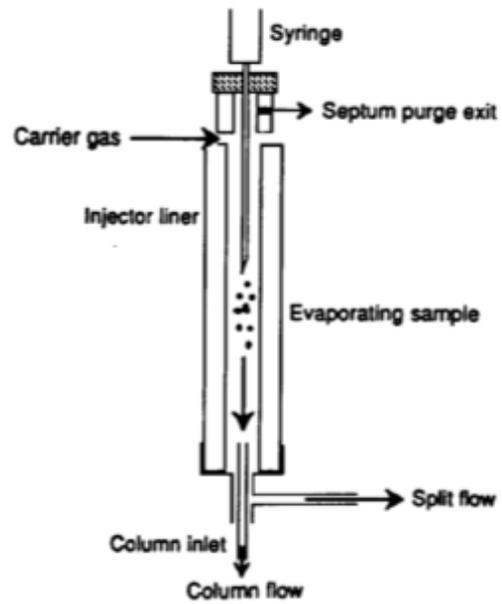
- Cromatógrafo a gás



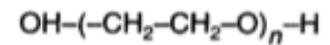
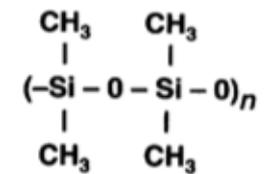
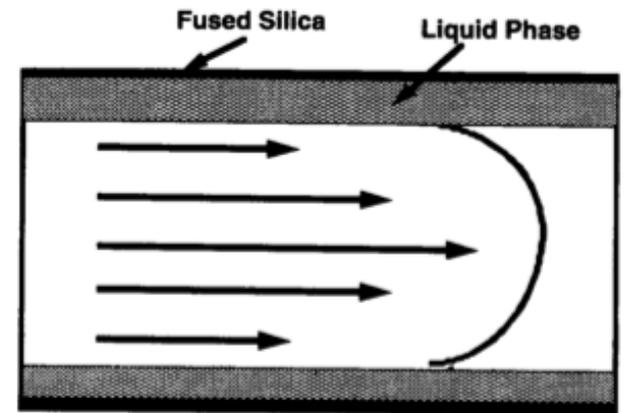
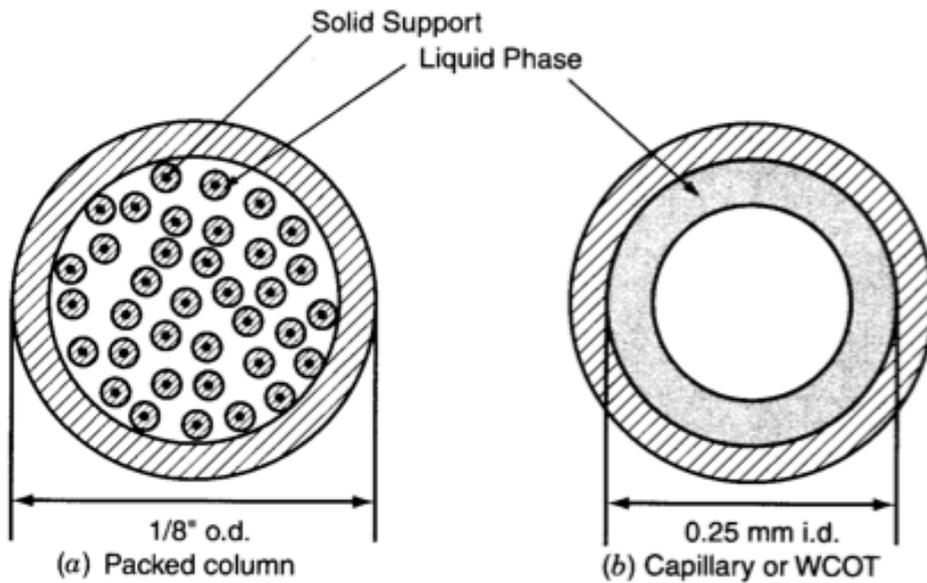
Cromatógrafo a Gás com Detetor FID



Injetor



Colunas

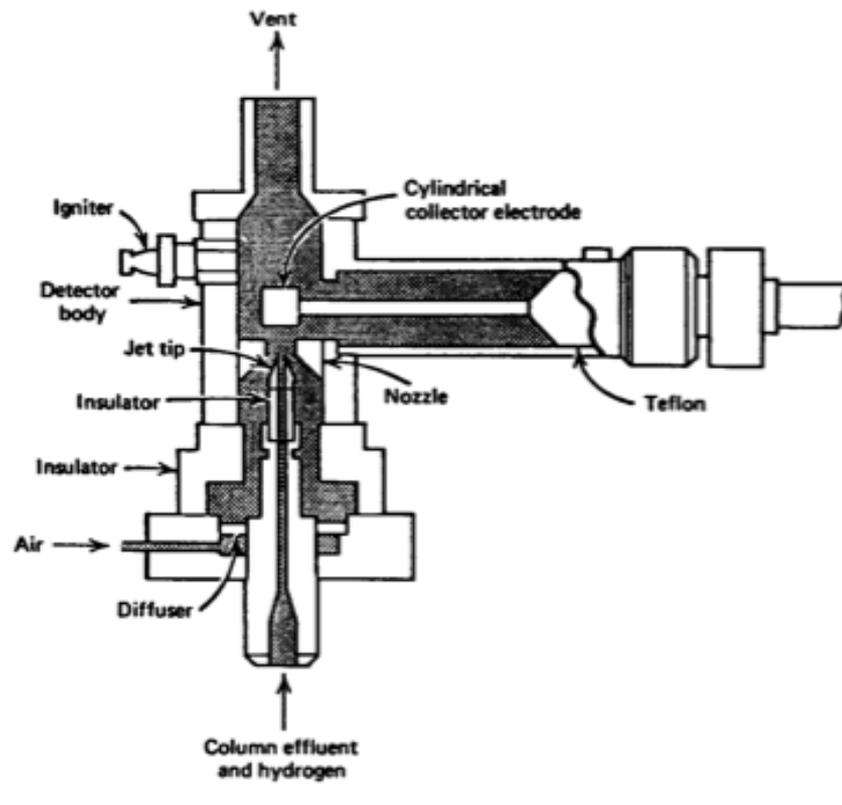


Detetores

TABLE 7.1 Common Commercially Available Detectors

Name	Selective*	References
1. Flame Ionization Detector (FID)	No	1, 2, 3, 5, 12, 13
2. Thermal Conductivity Detector (TCD) (Katharometer)	No	1, 3, 5
3. Electron Capture Detector (ECD)	X	1, 2, 3, 5
Other ionization type detectors		
4. Nitrogen/Phosphorous Detector (NPD); Alkali Flame Ionization Detector (AFID); Thermionic Ionization Detector (TID)	N, P, X	1, 2, 3, 5
5. Photoionization Detector (PID); Discharge Ionization Detector (DID)	Aromatics	2, 5
6. Helium Ionization Detector (HID)	No	1, 2, 3, 5
Emission type detectors		
7. Flame Photometric Detector (FPD)	S, P	1, 2, 3, 5
8. Plasma Atomic Emission (AED)	Metals, X, C, O	2, 4, 5
Electrochemical detectors		
9. Hall Electrolytic Conductivity (HECD)	S, N, X	1, 2, 5
Other types of detector		
10. Chemiluminescent	S	2, 4
11. Gas Density Detector (GADE)	No	1, 3, 5
12. Radioactivity Detector	^3H , ^{14}C	3
13. Mass Spectrometer (MS or MSD)	Yes	2, 4
14. Fourier Transform Infrared (FTIR)	Yes	2, 5

* X = Halogen



Detetor de Ionização por chama (FID)