

Ficha de Unidade Curricular LEQB

Unidade Curricular

Português

Análise Química

Inglês

Chemical Analysis

Total de horas

Teóricas

30

Teórico-práticas

12

Práticas Laboratoriais

18

Docente Responsável

Nome completo

Manuel José de Matos

Outros Docentes

Nome completo 1

Maria Alice Rosália Catarino

Nome completo 2

Hugo Felix da Silva

Nome completo 3

Nelson Alberto Frade da Silva

Nome completo 4

Objetivos de aprendizagem (conhecimentos, aptidões e competências a desenvolver pelos estudantes)

Learning outcomes of the curricular unit

No contexto actual da grande diversidade de métodos de análise para recolha de informação sobre a composição e estrutura da matéria, a Unidade Curricular de Análise Química tem como principais objectivos:

1. Dar a conhecer os fundamentos teóricos de diversos métodos instrumentais de análise;
2. Permitir que os alunos conheçam os principais componentes do equipamento de análise e compreendam os princípios básicos do seu funcionamento;
3. Discutir a gama de aplicação das diferentes técnicas de análise, suas vantagens e limitações;
4. Ensinar e aplicar princípios e técnicas de amostragem;
5. Criar competências de modo a que os alunos possam programar uma análise e seleccionar a técnica instrumental mais adequada ao caso em estudo;
6. Possibilitar a aplicação experimental de métodos instrumentais de análise para obtenção de informação qualitativa e quantitativa sobre a composição de amostras;
7. Apresentar e aplicar conceitos fundamentais sobre análise estatística de resultados.

Nowadays, considering the great diversity of analytical methods used to collect information about the composition and structure of matter, the Curricular Unity of Chemical Analysis has as main goals:

1. Promote the knowledge of theoretical principles applied in several instrumental techniques;
2. Enable students to know about the major components of the analytical equipment and understand the basic principles of their operation;
3. Discuss the range of application, the strengths and limitations of each analytical technique;
4. Teach and apply principles and techniques of sampling;
5. Create competences so that the students can program an analysis and select the instrumental technique(s) most appropriate to the case under study;
6. Enable the experimental application of different instrumental methods to obtain qualitative and quantitative information about samples composition;
7. Present and apply fundamental concepts on statistical analysis of results.

Conteúdos programáticos
Syllabus

1. Introdução à Análise Química Quantitativa

Classificação dos métodos de análise. Medição de propriedades. Técnicas de calibração (curva de calibração, adição de padrão e padrão interno). Sensibilidade, limites de deteção e quantificação, repetibilidade e precisão de um método analítico. Fundamentos sobre validação de métodos de análise. Breves noções sobre análise estatística de resultados.

2. Princípios e técnicas de amostragem

Plano de amostragem. Esquema de amostragem. Amostragem de sólidos e líquidos.

3. Espectroscopia atómica e molecular

Espectrometria de absorção molecular no UV-Vis. Espectrometria de absorção atómica (chama e electrotérmica). Espectrometria de emissão atómica (chama e plasma induzido). Fundamentos de espectrometria de massa.

4. Métodos electroanalíticos

Potenciometria. Voltametria.

5. Métodos de separação

Electroforese. Cromatografia gasosa. Cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC).

6. Técnicas hifenadas e métodos automáticos de análise

1. Introduction to Quantitative Chemical Analysis

2. Classification of the analytical methods. Measurement of properties. Calibration techniques (calibration curve, standard addition and internal standard). Sensitivity, limits of detection and quantification, repeatability and precision of an analytical method. Fundamentals of analytical methods validation. Fundamentals about statistical analysis of results.

3. Sampling principles and techniques

Sampling plan. Sampling scheme. Sampling of solids and liquids.

4. Atomic and molecular spectroscopy

Molecular absorption spectrometry in UV-Vis. Atomic absorption spectrometry (flame and electrothermal). Atomic emission spectrometry (flame and induced plasma). Fundamentals of mass spectrometry.

5. Electroanalytical methods

Potentiometry. Voltammetry.

6. Methods of separation

Electrophoresis. Gas chromatography. High performance liquid chromatography (HPLC).

7. Hyphenated techniques and automatic methods of analysis.

Demonstration of the syllabus coherence with the curricular unit's objectives

No programa de Análise Química são apresentadas as principais técnicas instrumentais habitualmente utilizadas em laboratórios de análise.

Nos conteúdos programáticos dá-se especial relevo ao fundamento teórico de cada uma das técnicas instrumentais e às suas aplicações, bem como a aspectos relacionados com os principais componentes do equipamento e seu modo de funcionamento.

O programa prevê que os conhecimentos adquiridos nas aulas teóricas sejam aplicados em aulas teórico-práticas e consolidados em sessões de laboratório que decorrem em datas adequadas para permitir uma boa articulação de conteúdos. Estão previstas cinco sessões de laboratório com o seguinte programa:

Sessão 1: Actividade experimental sobre aplicação de técnicas de amostragem, métodos de calibração e utilização de espectrometria de absorção molecular no UV-Vis na análise quantitativa de amostras.

Sessão 2: Análise quantitativa de amostras através de espectrometria de absorção e de emissão atómica.

Sessão 3: Análise quantitativa de amostras através de potenciometria (uso de eléctrodos selectivos) e voltametria.

Sessão 4: Análise qualitativa e quantitativa de amostras por cromatografia gasosa.

Sessão 5: Análise qualitativa e quantitativa de amostras por cromatografia líquida de alta.

Deste modo, pretende-se que os alunos fiquem a conhecer em detalhe as técnicas de análise que são apresentadas, consigam estabelecer comparações entre elas de forma a seleccionar a(s) técnica(s) mais adequada(s) à resolução de um caso de análise e ganhem experiência laboratorial em Análise Química (objectivos 1, 2, 3, 5 e 6).

O programa aborda, também, princípios e técnicas de amostragem para que os alunos se familiarizem com as diferentes formas de recolher amostras e reconheçam a importância desta etapa em procedimentos de análise (objectivo 4) da unidade curricular.

No programa consta, ainda, uma breve abordagem a conceitos fundamentais de análise estatística para que os alunos os possam aplicar no tratamento dos resultados recolhidos nas aulas de laboratório e assim se apercebam da importância desta ferramenta em Análise Química (objectivo 7).

In the syllabus of Chemical Analysis, the main instrumental techniques usually used in analytical laboratories are presented. The program also covers sampling principles and techniques for students to familiarize themselves with the different ways of collecting samples and to recognize the importance of this step in analytical procedures as intended in objective 4 of the curricular unit.

The program also includes a brief approach to fundamental concepts of statistical analysis so that students can apply them in the treatment of the results collected in the laboratory classes and thus realize the importance of this tool in Chemical Analysis, according to objective 7 defined for the unit curricular.

Special emphasis is given in the syllabus contents to the theoretical basis of each one of the instrumental techniques and their applications, as well as to aspects related to the main components of the equipment used and their operation mode.

The program also pretends that the knowledge acquired in theoretical lessons be applied theoretical-practical classes and consolidated in laboratory sessions that take place at appropriate dates to allow a good articulation of contents. Five laboratory sessions are proposed in the syllabus of Chemical Analysis:

Session 1: Experimental activity on the application of sampling techniques, calibration methods and use of UV-Vis molecular absorption spectrometry in the quantitative analysis of samples.

Session 2: Quantitative analysis of samples by absorption and atomic emission spectrometry.

Session 3: Quantitative analysis of samples through potentiometric (use of selective electrodes) and voltammetric methods.

Session 4: Qualitative and quantitative analysis of samples by gas chromatography.

Session 5: Qualitative and quantitative analysis of samples by high performance liquid chromatography.

In this way, students are expected to know in detail the techniques of analysis that are presented, can establish comparisons that allows the selection of the most appropriate technique(s) to solve a case of analysis and gain laboratory experience in Chemical Analysis (goals 1, 2, 3,5 and 6).The program also covers sampling principles and techniques for students to familiarize themselves with the different ways of collecting samples and to recognize the importance of this step in analytical procedures (goal 4).

The program also includes a brief approach to fundamental concepts of statistical analysis so that students can apply them in the treatment of the results collected in the laboratory classes and thus realize the importance of this tool in Chemical Analysis (goal 7).

Metodologias de ensino (avaliação incluída) *Teaching methodologies (including evaluation)*

O ensino de Análise Química decorre em aulas teóricas, teórico-práticas e de laboratório. Nas aulas teóricas são apresentados os conceitos e nas sessões teórico-práticas resolvidos exercícios de aplicação e discutidos casos de estudo. Nas aulas de laboratório são executadas análises de amostras através de métodos instrumentais apresentados nas aulas teóricas. As aulas distribuem-se ao longo do semestre de modo a permitir uma boa articulação entre as sessões teóricas, teórico-práticas e de laboratório. Os alunos são avaliados nas componentes teórica e teórico-prática podendo optar por uma avaliação durante o período lectivo, realizando dois testes parciais (T1 e T2) ou pela avaliação em exame final (AEF). Os alunos são também avaliados na componente laboratorial (ALab).

Avaliação no período lectivo:

$$NF = ((T1+T2)/2) \times 0.7 + ALab \times 0.3$$

Aprovação: $NF \geq 9.5$ com $T1$ e $T2 \geq 7.5$, $(T1+T2)/2 \geq 9.5$ e $ALab \geq 9.5$

Avaliação por exame

$$NF = AEF \times 0.7 + ALab \times 0.3$$

Aprovação: $NF \geq 9.5$ e $ALab \geq 9.5$

The teaching of Chemical Analysis takes place in theoretical, theoretical-practical and laboratory classes. In theoretical classes concepts are presented and in the theoretical-practical sessions application exercises are solved and case studies discussed. In the laboratory, samples are analyzed using instrumental methods presented in the theoretical lessons. The classes are distributed throughout the semester in order to allow a good articulation between theoretical, theoretical-practical and laboratory sessions. Students are evaluated in theoretical and theoretical-practical components and can choose an evaluation during the class period, performing two partial tests (T1 and T2) or the final exam evaluation (AEF). Students are also evaluated in the laboratory component (ALab).

Evaluation in the class period

$$NF = ((T1+T2)/2) \times 0.7 + ALab \times 0.3$$

Approval: $NF \geq 9.5$ with $T1$ e $T2 \geq 7.5$, $(T1+T2)/2 \geq 9.5$ and $ALab \geq 9.5$

Final exam evaluation

$$NF = AEF \times 0.7 + ALab \times 0.3$$

Approval: $NF \geq 9.5$ and $ALab \geq 9.5$

Demonstração da coerência das metodologias de ensino com os objetivos de aprendizagem da unidade curricular

Demonstration of the coherence between the teaching methodologies and the learning outcomes

O ensino da Análise Química decorre em aulas teóricas, teórico-práticas e de laboratório. Cada aula teórica ou teórico-prática tem a duração de 1,5 horas, estando previstas 20 aulas teóricas (30 horas) e 8 sessões teórico-práticas (12 horas) por semestre. Quanto às aulas de laboratório podem decorrer durante 3 ou 4 horas, estando previstas 5 por semestre (18 horas). Nas aulas teóricas são apresentados métodos instrumentais de análise de uso frequente em laboratório, com relevância e adequados a um curso de Licenciatura. Os fundamentos teóricos das diversas técnicas analíticas são dados em detalhe bem como a descrição e funcionamento dos principais componentes do equipamento para que os alunos possam compreender o processo a que está sujeita a amostra ao ser analisada e entendam o significado do resultado obtido. A gama de aplicação dos diversos métodos, suas vantagens e limitações são também abordadas em pormenor. Durante a exposição recorre-se frequentemente a exemplos que são discutidos com os alunos, estabelecendo comparações entre várias técnicas de análise de modo a escolher a(s) mais adequada(s) ao caso em estudo. Nas aulas teóricas são também explicados os diferentes métodos de calibração de modo a que os alunos se apercebam da sua importância e entendam as suas diferenças para que os possam aplicar em laboratório. Os princípios e as técnicas de amostragem que

fazem parte do programa de Análise Química são também explicados nas aulas teóricas de modo a que os alunos fiquem a conhecer os diferentes métodos de recolha de amostras, os cuidados a ter e se apercebam da importância desta etapa no processo de análise.

Nas aulas teórico-práticas são resolvidos exercícios sobre temas de todos os capítulos com o objectivo de aplicação de conceitos em casos concretos de análise. Os alunos têm acesso a problemas para resolver autonomamente fora das horas de contacto. Com esta metodologia de ensino é possível cumprir os objectivos 1, 2, 3 e 5, que foram definidos para a unidade curricular.

As aulas de laboratório são orientadas para os alunos adquirirem experiência em análise química. Os alunos recolhem amostras, preparam soluções padrão e aplicam métodos de calibração, manipulam equipamento, utilizam o software associado ao equipamento para definir e controlar condições experimentais e recolher resultados, adoptam procedimentos de rigor e desenvolvem espírito crítico. Os trabalhos de laboratório aplicam conceitos que foram previamente leccionados nas aulas teóricas ou teórico-práticas e são objecto de relatórios a elaborar pelos alunos nos quais deve constar um breve tratamento estatístico de resultados. Este modo de ensino permite cumprir os objectivos que foram estabelecidos para a unidade curricular em particular os definidos nos pontos 4, 6 e 7.

Teaching of Chemical Analysis takes place in theoretical, theoretical-practical and laboratory classes. Each theoretical or theoretical-practical class lasts 1.5 hours, with 20 theoretical classes (30 hours) and 8 theoretical-practical sessions (12 hours) per semester. The laboratory can take place for 3 or 4 hours, being scheduled 5 per semester (18 hours). Instrumental methods of analysis of frequent use in laboratory, with relevance and suitable to this course are presented in the theoretical classes. The theoretical fundamentals of the different analytical techniques are given in detail. The description and operation of the main components of the equipment is also explained so that the students can understand the process to which the sample is submitted in the analysis and understand the meaning of the obtained result. The range of application of the various methods, their advantages and limitations are also discussed in detail. During the explanation, examples are often used for discussion with students, comparisons between various techniques of analysis are also performed in order to choose the most appropriate(s) to the case under study. In theoretical classes the different calibration methods are also explained so that the students are aware of their importance and may understand their differences with the aim to use these methods in the laboratory. The principles and techniques of sampling are also explained in the theoretical classes so that the students get knowledge about the different methods of sampling, the care to be taken and are aware for the importance of this stage in the analytical procedures.

In the theoretical-practical classes exercises about themes of all the chapters are solved with the aim of concepts application in analytical problems. Students have access to exercises to solve autonomously outside the contact hours. With this teaching methodology it is possible to fulfill the goals 1, 2, 3 and 5 that were defined for the curricular unit.

The lab classes are taught toward students gaining experience in chemical analysis. Students collect samples, prepare standard solutions and apply calibration methods, manipulate equipment, use software associated with equipment to define and control experimental conditions and collect results, adopt rigorous procedures and develop critical thinking. The laboratory works apply concepts that were previously taught in theoretical or theoretical-practical classes and are subjected to reports by the students in which a brief statistical treatment of results should be included. This way of teaching allows that the goals set out in the curricular unit, namely those defined in points 4, 6 and 7, to be met.

Bibliografia Principal

Main Bibliography

1. Skoog, D. A., Holler, F. J., S. R. Crouch, Principles of Instrumental Analysis, 7th ed., Cengage Learning, 2016.
2. Kellner, R., Mermet, J.-M., Otto, M., Valcárcel M., Widmer, H. M., Analytical Chemistry: A Modern Approach to Analytical Science, 2nd ed., Wiley-VCH, 2004.
3. Harris, D. C., Quantitative Chemical Analysis, 9th ed, W. H. Freeman, 2016.
4. Gonçalves, M. L. S. S., Métodos Instrumentais para a Análise de Soluções – Análise Quantitativa, 4ªed., Fundação Calouste Gulbenkian, 2001.