

II ANALITYKA MEDYCZNA

CHROMATOGRAFIA

1. Definicja chromatografii.
2. Klasyfikacja metod chromatograficznych.
3. Parametry chromatograficzne.
 - a) oceniające chromatogram wewnętrzny
 - b) oceniające chromatogram zewnętrzny (całkowity czas retencji, zerowy czas retencji, zredukowany czas retencji, objętość retencji, współczynnik retencji (k), współczynnik selektywności α , współczynnik rozdzielenia R_S , współczynnik asymetrii).
4. Sprawność i selektywność (wzór Purnella).
5. Zjawisko sorpcji i desorpcji.
6. Podstawowe mechanizmy retencji (podziałowy, adsorpcyjny, jonowymienny, żelowo-permeacyjny).
7. Izotermy sorpcji (definicja, rysunki).
8. Teoria pól, wartość HETP (dawne WRPT), równanie Van Deemtera.
9. Chromatografia podziałowa
 - a) wymagania dotyczące nośnika i fazy ruchomej
 - b) ogólne zasady rozdziału
 - c) pojęcia: szereg eluotropowy, współczynnik podziału, indeks C/O
10. Chromatografia adsorpcyjna
 - a) podstawowe równania
 - b) sorbenty (podział i wymagania)
 - c) dobór fazy ruchomej i sorbentu
11. Chromatografia jonowymienna
 - a) jonity (budowa i podział)
 - b) najważniejsze grupy funkcyjne jonitów, powinowactwo
 - c) mechanizm wymiany jonowej,
 - d) pojemność jonitu, punkt przebiecia kolumny.
12. Chromatografia żelowo-permeacyjna
13. Chromatografia w normalnym układzie faz i odwróconym układzie faz.
14. Elucja izokratyczna i gradientowa.
15. Wysokosprawna chromatografia cieczowa HPLC
 - a) aparatura + schemat blokowy
 - b) fazy ruchome (własności fizykochemiczne, klasyfikacja, zastosowanie)
 - c) fazy stacjonarne (własności fizykochemiczne, klasyfikacja zastosowanie)
 - d) mechanizmy rozdziału (podziałowe, adsorpcyjne, chromatografia związków

- zjonizowanych, związków o różnej polarności)
 - d) rozdzielanie związków chiralnych
 - e) analiza ilościowa (metoda wzorca zewnętrznego i wewnętrznego)
 - f) analiza jakościowa
 - g) zastosowanie w analizie farmaceutycznej
16. Chromatografia cienkowarstwowa TLC
- a) rodzaje chromatografii planarnej (izokratyczna i wielokrotna, cyrkularna i antycykularna)
 - b) parametry wpływające na rozdzielczość
 - c) czynniki wpływające na wartość retencji
 - d) adsorbenty (żel krzemionkowy-dokładnie)
 - e) adsorbenty dezaktywowane
 - f) komory chromatograficzne
 - g) rozwijanie plamek i wizualizacja
 - h) zastosowanie w analizie jakościowej i ilościowej
17. Chromatografia z fazą ruchomą w stanie nadkrytycznym (SFC).
18. Chromatografia gazowa
- a) gaz nośny (rodzaje, wymagania, czystość, ciśnienie i przepływ)
 - b) aparatura + schemat chromatografu gazowego
 - c) chromatografia GLC i GSC (na czym polega)
 - d) parametry retencyjne
 - e) rozmycie pasma (równanie Deemtera)
 - f) wpływ temperatury na retencje
 - g) chromatografia izotermiczna i z programowaniem temperatury
 - h) sposoby dozowania próbek
 - i) kolumny pakowane i kapilarne (fazy stacjonarne)
 - j) detektory (FID- dokładnie)
 - k) analiza jakościowa (indeks retencji Kovatsa)
 - l) analiza ilościowa (pole powierzchni pików symetrycznych i niesymetrycznych, obliczanie stężeń składnika)
 - ł) metody kalibracyjne (wzorzec zewnętrzny i wewnętrzny)

Literatura podstawowa:

1. Kocjan R.: Chemia analityczna Tom 2. PZWL, Warszawa, 2020.
2. Szczepaniak W.: Metody instrumentalne w analizie chemicznej. PWN, Warszawa, 2020

Literatura uzupełniająca:

1. Skoog D., West D., Holler J., Crouch S.: Podstawy chemii analitycznej. PWN, Warszawa, 2007
2. Farmakopea Polska, Wyd. XII, 2020

METODY SPEKTROSKOPOWE

I. Spektrofotometria absorpcyjna w zakresie światła widzialnego i nadfioletu

1. Własności promieniowania elektromagnetycznego
2. Absorpcja promieniowania a struktura cząsteczki
3. Chromofory i auksochromy
4. Widma absorpcyjne
5. Wpływ rozpuszczalnika na pasma absorpcyjne
6. Prawa absorpcji, odchylenia od praw absorpcji.

II. Metody pomiaru absorpcji w roztworach

1. Metody kolorymetryczne
2. Metody spektrofotometryczne
 - źródła światła
 - monochromatory promieniowania
 - materiały optyczne, naczynia, rozpuszczalniki
 - detektory
3. Techniki oznaczeń spektrofotometrycznych

III. Fluorymetria

1. Podstawy teoretyczne zjawiska fluorescencji
2. Prawa fluorescencji
3. Fluorescencja a struktura cząsteczki
4. Wygaszanie fluorescencji
5. Aparatura do pomiarów fluorymetrycznych

IV. Fotometria płomieniowa

1. Podstawy teoretyczne
2. Aparatura
3. Przykłady oznaczeń ilościowych

Literatura podstawowa:

1. Cygański A.: Metody spektroskopowe w chemii analitycznej. PWN, Warszawa, 2020
2. Szczepaniak W.: Metody instrumentalne w analizie chemicznej. PWN, Warszawa, 2020
3. Kocjan R.: Chemia analityczna Tom 2. PZWL, Warszawa, 2020.

Literatura uzupełniająca:

1. Lipiec T., Szmal Z.: Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej. PZWL, Warszawa 1997
2. Skoog D., West D., Holler J., Crouch S.: Podstawy chemii analitycznej. PWN, Warszawa, 2007

POLAROGRAFIA, WOLTAMPEROMETRIA, KONDUKTOMETRIA, ELEKTROGRAWIMETRIA

1. Schemat aparatury polarograficznej – rola elementów składowych.
2. Elektrody, stosowane w polarografii klasycznej – budowa, wady i zalety kroplowej elektrody rtęciowej (KER).
3. Elektrolit podstawowy – znaczenie, składniki i ich rola, zasady doboru.
4. Fala polarograficzna – powstawanie, zakłócenia, parametry charakterystyczne, ich wyznaczanie i zastosowanie.
5. Równanie Ilkowica – parametry i znaczenie analityczne.
6. Polarograficzne oznaczanie ilościowe (krzywa wzorcowa, metoda dodatku wzorca, miareczkowanie polarograficzne; sposoby wykonania, wady i zalety) – czułość i dokładność. Oznaczanie kilku depolaryzatorów (zasady rozdziału fal).
7. Potencjał półfali – znaczenie analityczne, właściwości.
8. Porównanie oznaczalności i selektywności różnych technik polarograficznych.
9. Konduktometria – podstawy teoretyczne: prawo Ohma, przewodność właściwa (konduktywność) elektrolitów, przewodność molowa i graniczna przewodność molowa (konduktancja molowa, graniczna konduktancja molowa) elektrolitów, jednostki.
10. Czynniki wpływające na konduktancję roztworów, elektrolity mocne i słabe.
11. Krzywe miareczkowania konduktometrycznego: miareczkowanie titrantem mocnym i słabym, miareczkowania strąceniowe. Miareczkowania dwóch składników.
12. Wady i zalety miareczkowań konduktometrycznych. Przykłady oznaczeń.
13. Elektroliza – podstawy teoretyczne: prawa Faradaya, równania reakcji i potencjały red-ox.
14. Przykłady oznaczeń elektrogravimetrycznych – zasada wykonania.

Literatura podstawowa:

1. Cygański A.: Metody spektroskopowe w chemii analitycznej. PWN, Warszawa, 2020
2. Szczepaniak W.: Metody instrumentalne w analizie chemicznej. PWN, Warszawa, 2020
3. Kocjan R.: Chemia analityczna Tom 2. PZWL, Warszawa, 2020.

Literatura uzupełniająca:

1. Lipiec T., Szmaj Z.: Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej. PZWL, Warszawa 1997
2. Skoog D., West D., Holler J., Crouch S.: Podstawy chemii analitycznej. PWN, Warszawa, 2007

POTENCJOMETRIA

1. Potencjometria. Podstawy metody, potencjał elektrody
2. Elektrody, podział, zasada działania
3. Pehametria
4. Wyznaczanie pH metodą porównawczą
5. Charakterystyka elektrody szklanej
6. Charakterystyki innych elektrod membranowych
7. Miareczkowanie potencjometryczne, metody, rodzaje
8. Metody wyznaczania punktu końcowego miareczkowania
9. Zastosowanie metod potencjometrycznych w analizie

Literatura podstawowa:

1. Szczepaniak W.: Metody instrumentalne w analizie chemicznej. PWN, Warszawa, 2020
2. Kocjan R.: Chemia analityczna Tom 2. PZWL, Warszawa, 2020.

Literatura uzupełniająca:

1. Lipiec T., Szmal Z.: Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej. PZWL, Warszawa 1997
2. Skoog D., West D., Holler J., Crouch S.: Podstawy chemii analitycznej. PWN, Warszawa, 2007