UNIWERSYTET MEDYCZNY
IM. PIASTÓW ŚLĄSKICH WE WROCŁAWIU

Katedra i Zakład Podstaw Nauk Chemicznych

ANALITYKA MEDYCZNA II rok
ANALIZA INSTRUMENTALNA

KONDUKTOMETRIA, WOLTAMPEROMETRIA, POLAROGRAFIA, ELEKTROGRAWIMETRIA

Literatura podstawowa:

1. Kocjan R.: Chemia analityczna Tom 2. PZWL, Warszawa, 2020.
2. Szczepaniak W.: Metody instrumentalne w analizie chemicznej. PWN, Warszawa, 2020
3. Cygański A.: Podstawy metod elektroanalitycznych, Warszawa, WNT 2004.

Zakres Materiału

1. Konduktometria – podstawy teoretyczne: prawa Ohma, przewodność właściwa (konduktywność) elektrolitów, przewodność molowa i graniczna przewodność molowa elektrolitów, ruchliwość jonu, jednostki.
2. Czynniki wpływające na konduktancję roztworów, elektrolity mocne i słabe.
3. Podział technik konduktometrycznych, zasady pomiarów, zastosowanie technik.
4. Krzywe miareczkowania konduktometrycznego: miareczkowanie titrantem mocnym i słabym, miareczkowania strąceniowe. Miareczkowania dwóch składników.
5. Wady i zalety miareczkowań konduktometrycznych.
6. Porównanie woltamperometrii i polarografii; rodzaje elektrod.
7. Budowa, wady i zalety kroplowej elektrody rtęciowej (KER).
8. Elektrolit podstawowy – znaczenie, składniki i ich rola, zasady doboru.
9. Fala polarograficzna – powstawanie, etapy, parametry charakterystyczne, ich wyznaczanie i zastosowanie; potencjał półfali – znaczenie analityczne, właściwości.
10. Rodzaje prądów w polarografii stałoprądowej.
11. Zakłócenia: maksima i fale tlenowe; powstawanie oraz metody usuwania i zapobiegania.
12. Równanie Ilkowica – parametry i znaczenie analityczne.
13. Woltamperometryczne i polarograficzne oznaczanie ilościowe. Oznaczanie kilku depolaryzatorów (zasady rozdziału krzywych).
14. Elektroliza – podstawy teoretyczne: prawa Faradaya.
15. Elektrograwimetria (klasyczna, z kontrolowanym potencjałem, wewnętrzna)
16. Przykłady oznaczeń elektrograwimetrycznych – zasada wykonania.

Ćwiczenie 1 – Konduktometria

Ćwiczenie 2 - Woltamerometria

ul. Borowska 211A 50-556 Wrocław
T: +48 71 784 03 30 F: +48 71 784 03 36
Email: wf-29@umw.edu.pl

POTENCJOMETRIA

Zakres materiału

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. Cygański A. Chemiczne metody analizy ilościowej, Warszawa, PWN-WNT, 2023
2. Kocjan R. Chemia analityczna T.1-2, Warszawa, PZWL, 2023
3. Szczepaniak W. Metody instrumentalne w analizie chemicznej, Warszawa, PWN, 2012

Literatura uzupełniająca:

1. West D. M., Skoog D. A., Holler J., Crouch S. R.,: Chemia analityczna. Tom 1-3, PWN, 2023
2. Lipiec T., Szmal Z. Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej, Warszawa, PZWL, 1997

Ćwiczenie 1. Wyznaczanie stężenia jonów za pomocą elektrod ISE. Oznaczanie zawartości jonów jodkowych w analizie lub jonów wapniowych w wybranych preparatach farmaceutycznych".
Ćwiczenie 2. Wyznaczanie charakterystyki elektrody szklanej. Miareczkowanie potencjometryczne: Potencjometryczne oznaczanie kwasu octowego

METODY SPEKTROSKOPOWE

Zakres materiału

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. Prawa absorpcji, odchylenia od praw absorpcji.

II. Metody pomiaru absorpcji w roztworach
1. Metody spektrofotometryczne
   - źródła światła
   - monochromatory promieniowania
   - materiały optyczne, naczynia, rozpuszczalniki
2. Techniki oznaczeń spektrofotometrycznych

III. Fluorymetria
1. Podstawy teoretyczne zjawiska fluorescencji

2. Prawa fluorescencji
3. Aparatura do pomiarów fluorymetrycznych

Literatura podstawowa:
1. Kocjan R.: Chemia analityczna Tom 2. PZWL, Warszawa, 2021.
2. Skoog D., West D., Holler J., Crouch S.: Chemia analityczna tom 2. PWN, Warszawa, 2023

Literatura uzupełniająca:
1. Lipiec T., Szmal Z.: Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej. PZWL, Warszawa 1997
1. Cygański A.: Metody spektroskopowe w chemii analitycznej. PWN, Warszawa, 2020
3. Szczepaniak W.: Metody instrumentalne w analizie chemicznej. PWN, Warszawa, 2020

Ćwiczenie 1:
- kolokwium
- spektrofotometryczne oznaczanie antypiryny w zakresie VIS

Ćwiczenie 2:
-kolokwium poprawkowe
-spektrofotometryczne oznaczanie antypiryny w zakresie UV

CHROMATOGRAFIA

Zakres materiału

1. Definicja chromatografii.
2. Klasyfikacja metod chromatograficznych.
3. Parametry chromatograficzne.
a) oceniajace chromatogram wewnętrzny
b) oceniajace chromatogram zewnętrzny (całkowity czas retencji, zerowy czas retencji, zredukowany czas retencji, objętość retencji, współczynnik retencji (k), współczynnik selektywności □, współczynnik rozdzielenia Rs.
4. Podstawowe mechanizmy retencji (podziałowy, adsorpcyjny, jonowymienny, żelowo-permeacyjny).
5. Wartość HETP (WRPT).
6. Chromatografia podziałowa
a) wymagania dotyczące nośnika i fazy ruchomej
b) ogólne zasady rozdziału
7. Chromatografia adsorpcyjna
a) sorbenty (podział i wymagania)
b) dobór fazy ruchomej i sorbentu
8. Chromatografia jonowymienna
a) najważniejsze grupy funkcyjne jonitów, powinowactwo
b) mechanizm wymiany jonowej,
9. Chromatografia żelowo-permeacyjna
10. Chromatografia w normalnym układzie faz i odwróconym układzie faz.
11. Elucja izokratyczna i gradientowa.
12. Wysokosprawna chromatografia cieczowa HPLC

a) aparatura (schemat blokowy)
b) fazy ruchome i stacjonarne
c) zastosowanie w analizie klinicznej
13. Chromatografia cienkowarstwowa TLC
a) czynniki wpływające na wartość retencji
b) adsorbenty (żel krzemionkowy dokładnie)
c) adsorbenty dezaktywowane
d) komory chromatograficzne
e) rozwijanie plamek i wizualizacja
f) zastosowanie w analizie jakościowej i ilościowej

Polecane materiały:
Chemia analityczna, analiza instrumentalna 2, Ryszard Kocjan,
PZWL, Warszawa 2002
Farmakopea Polska, Wyd. VI, 2002
Chromatografia, skrypt, E.Zaleska, 1995.

Zajęcia nr 1
Dobór fazy ruchomej w chromatografii cienkowarstwowej w układzie ciecz/ciecz.
Student poznaje technikę chromatografii cienkowarstwowej, wykonując doświadczenia polegające na rozdziale barwników na płytkach pokrytych żelem krzemionkowym. Do rozdzielania barwników używa różnych eluentów, takich jak metanol (CH_3OH), octan etylu ($CH_3COOC_2H_5$) i chloroform ($CHCl_3$). Badany jest również wpływ różnych kombinacji tych eluentów (zaproponowany przez asystenta) na efekty rozdziału mieszaniny barwników. Na podstawie otrzymanych wyników student proponuje własną mieszankę eluentów, którą uważa za najlepszą do rozdziału barwników.

Zajęcia nr 2
Ćwicz. 1 **Rozdział aminokwasów na żelu krzemionkowym**
Student otrzymuje wzorcowe aminokwasy oraz nieznaną mieszaninę aminokwasów. Po przeprowadzeniu rozdziału chromatograficznego, wywołuje płytkę chromatograficzną i identyfikuje aminokwasy znajdujące się w mieszaninie.
Ćwicz. 2 **Identyfikacja sulfonamidu w preparacie leczniczym Bactrim**
Celem jest identyfikacja sulfonamidu zawartego w leku Bactrim. W tym celu student otrzymuje wzorcowe próbki sulfonamidów i przygotowuje roztwór leku w acetonie. Po wykonaniu rozdziału chromatograficznego i wywołaniu płytki, rozpoznaje składnik aktywny leku.