

ZAKRES MATERIAŁU Z ANALIZY INSTRUMENTALNEJ

Kierunek: **Chemia**; Specjalizacja: „Chemia w nauce i gospodarce” - studia niestacjonarne;
I rok 2 stopień; rok akademicki 2015/2016

METODY ELEKTROCHEMICZNE

Potencjometria

1. Zasada oznaczenia potencjometrycznego.
2. Pojęcie elektrody.
3. Ogniwa galwaniczne i ich podział (ogniwa chemiczne i stężeniowe).
4. Siła elektromotoryczna ogniwa.
5. Zasada i sposoby pomiaru siły elektromotorycznej ogniwa (metoda kompensacyjna Poggendorffa, metoda wychyleniowa).
6. Ogniwo wzorcowe Westona. Klucz elektrolityczny.
7. Podział elektrod ze względu na pełnioną w ogniwie funkcję.
8. Podział elektrod ze względu na mechanizm reakcji elektrodowych.
9. Elektrody pierwszego rodzaju (elektroda srebrowa, wodorowa, normalna elektroda wodorowa).
10. Elektrody drugiego rodzaju (elektroda kalomelowa, nasycona elektroda kalomelowa, elektroda chlorosrebrowa).
11. Elektrody trzeciego rodzaju.
12. Elektrody redoks.
13. Elektrody tlenkowe (elektroda antymonowa).
14. Jonoselektywne elektrody membranowe i ich podział.
15. Elektroda szklana do pomiarów pH z chlorosrebrną lub chinhydronową elektrodą wyprowadzającą.
16. Mechanizm działania elektrod szklanych. Błąd sodowy.
17. Analityczne zastosowanie potencjometrii.
18. Pehametria. Metoda bezpośrednia i pośrednia wyznaczania pH.
19. Charakterystyka elektrody szklanej.
20. Miareczkowanie potencjometryczne.
21. Dobór elektrod w różnych typach miareczkowania potencjometrycznego.
22. Sposoby wyznaczania punktu końcowego (metoda graficzna, metoda pierwszej pochodnej, metoda drugiej pochodnej, metoda Tubbsa). Sposoby wykonywania miareczkowań potencjometrycznych (metoda klasyczna, miareczkowanie do punktu zerowego, miareczkowanie różnicowe).

Konduktometria

1. Znajomość pojęć: konduktometria, konduktancja, przewodnictwo, opór właściwy, przewodnictwo właściwe, stała naczynka konduktometrycznego, przewodnictwo równoważnikowe, graniczne przewodnictwo równoważnikowe, simens.

2. Konduktometryczne metody analizy ilościowej i jakościowej.
3. Konduktometria bezpośrednia.
4. Umiejętność przewidywania krzywych miareczkowania konduktometrycznego dla układów jedno- i dwuskładnikowych. Umiejętność wyznaczania stałej dysocjacji i iloczynu rozpuszczalności metodami konduktometrycznymi.

Kulometria

1. Elektroliza, elektrogravimetria.
2. Prawa Faradaya.
3. Reakcje elektrodowe roztworów kwasów i zasad i soli.
4. Zasada i podział kulometrii (metody bezpośrednie i pośrednie).
5. Techniki stosowane w kulometrii (kulometria potencjostatyczna i amperostatyczna).
6. Schemat obwodu i sposoby wyznaczania punktu końcowego w kulometrii potencjostatycznej i amperostatycznej.
7. Podobieństwa i różnice między kulometrią potencjostatyczną i miareczkowaniem kulometrycznym. Zalety miareczkowania kulometrycznego.

Polarografia i Woltamperometria

1. Definicja terminów „polarografia” i „woltamperometria”.
2. Polarografia stałoprądowa (DCP): przebieg fali polarograficznej, rola elektrolitu podstawowego, rodzaje prądów występujących w DCP, równanie Ilkovic, maksima polarograficzne, układ pomiarowy, elektrody pracujące, ogniwo mikroelektrolityczne.
3. Analiza jakościowa i ilościowa w polarografii stałoprądowej – równanie fali polarograficznej, sposoby wyznaczania jej wysokości, metody oznaczeń ilościowych.
4. Polaryzacja elektrolityczna, nadnapięcie, elektrody polaryzowalne i niepolaryzowalne.
5. Ograniczenia metody polarograficznej stałoprądowej.
6. Polarografia zmiennoprądowa sinusoidalna i prostokątna; zmiany potencjału elektrody (KER) w czasie. Porównanie polarografii stałoprądowej z polarografią zmiennoprądową.
7. Polarografia pulsowa normalna, różnicowa; zmiany potencjału elektrody (KER) w czasie. Zależność pomiędzy potencjałem prądu piku w polarografii pulsowej różnicowej i potencjałem półfali w polarografii stałoprądowej. Porównanie polarografii pulsowej ze zmiennoprądową i stałoprądową.
8. Rodzaje elektrod stosowanych w woltamperometrii.
9. Schemat analizatora woltamperometrycznego.
10. Woltamperometria z liniowo zmieniającym się potencjałem, woltamperometria cykliczna.
11. Woltamperometria inwersyjna – proces zateżnienia i proces inwersyjnego oznaczania.
12. Zastosowanie woltamperometrii inwersyjnej.

Amperometria

1. Krzywe natężenie prądu-napięcie dla odwracalnych i nieodwracalnych układów redoks.
2. Miareczkowanie amperometryczne z jedną elektrodą wskaźnikową.
3. Wybór potencjału elektrody wskaźnikowej w miareczkowaniu amperometrycznym.

4. Miareczkowanie amperometryczne z dwiema elektrodami wskaźnikowymi. Krzywe miareczkowania amperometrycznego w przypadku stosowania jednej i dwóch elektrod wskaźnikowych.

METODY CHROMATOGRAFICZNE

Chromatografia Cieczowa

chromatografia kolumnowa

1. Istota podziału chromatograficznego. Piki chromatograficzne.
2. Wielkości retencyjne (rozdzielczość pików, indeks retencji, liczba pól teoretycznych, wysokość równoważna teoretycznej płycie, równanie van Deemtera) i ich zastosowanie w analizie chromatograficznej.
3. Aparatura do HPLC: pompy (stałociśnieniowe i stałoprzepływowe), dozowniki (z membraną gumową, zawory dozujące), kolumny, detektory (spektrofotometryczny, fluorescencyjny, elektrochemiczny, DAD).
4. Sposoby napełniania kolumn, substancje wypełniające kolumny (fazy stacjonarne), temperatura, kolumny.
5. Fazy ruchome w chromatografii cieczowej. Parametry fazy ruchomej wpływające na procesy rozdziału chromatograficznego. Dobór fazy ruchomej do składu próbki badanej i fazy stacjonarnej.
6. Chromatografia w normalnym i odwróconym układzie faz. Dobór faz ruchomych do stacjonarnych. Sposoby modyfikacji faz stacjonarnych.
7. Zakres stosowalności elucji gradiendowej i izokratycznej w HPLC.
8. Zastosowanie szeregów elutropowych w analizie chromatograficznej.
9. Analiza jakościowa i ilościowa w chromatografii kolumnowej.
10. Porównanie chromatografii jonowymiennej z żelową i adsorpcyjną.

chromatografia planarna

1. Porównanie chromatografii kolumnowej cieczowej z jej odmianą planarną.
2. Płytki stosowane w chromatografii cienkowarstwowej.
3. Sorbenty i eluenty stosowane w chromatografii cienkowarstwowej. Porównanie z chromatografią kolumnową.
4. Sposoby nanoszenia próbek na płytkę cienkowarstwową.
5. Techniki rozwijania chromatogramów planarnych.
6. Komory stosowane w chromatografii cienkowarstwowej.
7. Sposoby wizualizacji i przechowywania chromatogramów. Lampy UV.
8. Analiza jakościowa w chromatografii planarnej. Współczynnik R_f .
9. Analiza ilościowa w chromatografii planarnej. Densytometry.
10. Zastosowanie chromatografii planarnej.
11. Posługiwanie się następującymi skrótami: HPLC, TLC, HPTLC, ODS, RP18, RP8, RP2, F254, F336, S60.

Chromatografia Gazowa

1. Aparatura do GC: pompy, dozowniki i urządzenia dozujące, rodzaje kolumn, detektory.
2. Sposoby napełniania kolumn, substancje wypełniające kolumny (fazy stacjonarne), temperatura, kolumny.
3. Gazy nośne.
4. Połączenie chromatografii gazowej z innymi technikami.

ELEKTROFOREZA

1. Podstawowe pojęcia i definicje: zjawisko elektroforezy, ruchliwość, czas migracji, dyspersja, sprawność, rozdzielczość,
2. Podział i charakterystyka elektromigracyjnych metod rozdzielania,
3. Aparatura
4. Rodzaje stosowanych detektorów,
5. Dobór warunków elektroforetycznych: elektrolit podstawowy, temperatura, napięcie, modyfikator organiczny, surfaktant, rodzaj kapilary, sposób wprowadzenia próbki.

ANALIZA SPECJACYJNA

1. Specjacja, analiza specjacyjna, frakcjonowanie
2. Trudności w badaniu specjacji.
3. Techniki analityczne stosowane w specjacji.

SPEKTROFOTOMETRIA

1. Znajomość pojęć: absorpcja, absorbancja, absorpcjometria, spektrofotometria, kolorymetria, fotometria, spektroskopia, turbidymetria, nefelometria, adsorpcja, molowy współczynnik absorpcji, ekstynkcyjność, transmitancja, monochromator, widmo absorpcji, grupa chromoforowa, reakcje amplifikowane, indykator, punkt izobestyczny, roztwory izomolowe.
2. Znaczenie skrótów i symboli: UV, Vis, IR, A, E, T, ϵ , λ , λ_{anal} .
3. Zastosowanie poszczególnych zakresów promieniowania elektromagnetycznego w analizie ilościowej i jakościowej.
4. Znajomość treści praw rządzących pochłanianiem światła. Wyprowadzanie matematycznego ujęcia treści praw. Wyjaśnianie treści praw w oparciu o zjawiska zachodzące na poziomie cząsteczek. Znajomość odchyień od praw absorpcji. Dobieranie przykładów na potwierdzenie słuszności praw, a także na potwierdzenie odstępstw od praw.
5. Podstawowe elementy budowy spektrofotometru.
6. Znajomość reguł doboru analitycznej długości światła.
7. Interpretowanie zależności błędu pomiaru od wartości absorbancji.
8. Rozszerzanie skali transmitancji w spektrofotometrii precyzyjnej.
9. Analiza jakościowa i ilościowa w metodach spektroskopowych.

10. Czułość, precyzja i dokładność oznaczeń spektrofotometrycznych.
11. Umiejętność przewidywania krzywych miareczkowania spektrofotometrycznego dla układów jedno i dwuskładnikowych.
12. Umiejętność przewidywania krzywych wyznaczania składu kompleksu metodami spektrofotometrycznymi oraz wyznaczania stałych trwałości kompleksów. Umiejętność wyznaczania stałej dysocjacji wskaźników z pojedynczego pomiaru absorpcji i z serii próbek.

Emisyjna Spektrometria Atomowa (EAS)

1. Podstawy teoretyczne.
2. Widmo emisyjne a budowa atomu.
3. Warunki wzbudzenia.
4. Aparatura.
5. Stosowane metody emisyjnej spektrometrii atomowej: fotometria płomieniowa, spektrografia emisyjna.
6. Plazmowa emisyjna spektrometria atomowa (ICP).
7. Metody emisyjnej analizy spektralnej,
8. analiza jakościowa i ilościowa.
9. Interferencje.

Absorpcyjna Spektrometria Atomowa (AAS)

1. Podstawy metody AAS.
2. Schemat blokowy spektrometru do badań absorpcji atomowej.
3. Źródła promieniowania.
4. Atomizery.
5. Systemy wprowadzania próbki.
6. Nebulizacja.
7. Monochromatory.
8. Systemy detekcji.
9. Interferencje.
10. Analityczne zastosowanie AAS.