

Wymagania do ćwiczeń laboratoryjnych

Wprowadzenie do Analizy Instrumentalnej

Wymagania ogólne do wszystkich ćwiczeń:

Odchylenie standardowe, przedział ufności, poziom ufności, rozkład normalny i t-Studenta, wielkość sygnału, poziom szumu, czułość metody analitycznej, czas odpowiedzi, wykrywalność, oznaczalność, analiza niepewności...

Ćwiczenie 1 – Oznaczanie tokoferoli w próbkach olejów jadalnych za pomocą HPLC-ED-FLD.

- ✓ Analiza ilościowa (metoda dodatku wzorca zewnętrznego/wewnętrznego, krzywa kalibracyjna itp.),
- ✓ Ekstrakcja (ciecz-ciecz; ciało stałe-ciecz; do fazy stałej), rozpuszczalniki ekstrakcyjne,
- ✓ Podział metod chromatograficznych, chromatografia w normalnym i odwróconym układzie faz,
- ✓ Co to jest retencja, czas retencji, objętość retencji, współczynnik retencji k, itp. Podać podstawowe zależności pomiędzy tymi parametrami,
- ✓ Podstawowe mechanizmy retencji,
- ✓ Co to jest sprawność, selektywność kolumny chromatograficznej i od czego zależy,
- ✓ Jakie parametry charakteryzują zależność rozdzielczą kolumny,
- ✓ Rozpuszczalniki w HPLC (właściwości fizyczne, klasyfikacja rozpuszczalników),
- ✓ Właściwości fizyczne i podział adsorbentów,
- ✓ Oddziaływania międzycząsteczkowe: faza ruchoma-próbka, polarność, siła elucyjna,
- ✓ Detekcja elektrochemiczna w chromatografii (układ trójelektrodowy, rodzaje elektrod, elektrolit podstawowy itp.) oraz detekcja fluorescencyjna.
- ✓ Chromatograficzne oznaczanie tokoferoli (podział tokoferoli, podstawowe właściwości fizykochemiczne tokoferoli).

Ćwiczenie 2 – Oznaczanie kwasu 3,4-DHBA za pomocą HPLC-DAD.

- ✓ Analiza ilościowa (metoda dodatku wzorca zewnętrznego/wewnętrznego, krzywa kalibracyjna itp.),

- ✓ Co to jest retencja, czas retencji, objętość retencji, współczynnik retencji k, itp. Podać podstawowe zależności pomiędzy tymi parametrami, sprawność, selektywność.
- ✓ Wpływ temperatury na rozdzielanie,
- ✓ Detekcja UV/Vis w chromatografii cieczowej (DAD),
- ✓ Widmo atomowe a widmo cząsteczkowe,
- ✓ Przyczyny rozmycia pików chromatograficznych,
- ✓ Mechanizm retencji kwasów organicznych w RP-HPLC,
- ✓ Rozpuszczalniki stosowane w RP-HPLC (zastosowania buforów),

Ćwiczenie 3 – Spektrofotometryczne oznaczanie związków fenolowych w produktach pszczelich oraz wybranych surowcach roślinnych

- ✓ Proces absorpcji, miara absorpcji,
- ✓ Prawa absorpcji, przyczyny odchyłeń od praw absorpcji,
- ✓ Aparatura w spektrofotometrii,
- ✓ Widmo atomowe a widmo cząsteczkowe,
- ✓ Analiza ilościowa (dobór warunków oznaczania, metoda krzywej kalibracyjnej),
- ✓ Właściwości antyoksydacyjne związków fenolowych,
- ✓ Występowanie naturalnych polifenoli,
- ✓ Oznaczanie całkowitej zawartości związków fenolowych metodą Folina-Ciocalteau (F-C)

Ćwiczenie 4 – Metody voltamperometryczne w analizie chemicznej

- ✓ Podstawowe prawa elektrolizy,
- ✓ Metoda voltamperometrii cyklicznej i voltamperometrii pulsowej różnicowej. Zasada działania i zastosowanie. Równania opisujące wartości prądowe w obu metodach,
- ✓ Równanie de Forda – Hume'a,
- ✓ Trójelektrodowy układ pomiarowy; elektrody pracujące, elektrody odniesienia i elektrody pomocnicze. Elektrody pierwszego, drugiego i trzeciego rodzaju. Charakterystyka i zastosowanie,
- ✓ Elektrolit podstawowy – definicja, właściwości, przykłady,
- ✓ Prądy występujące w voltamperometrii cyklicznej i pulsowej różnicowej – charakterystyka,
- ✓ Charakterystyka podwójnej warstwy przyelektrodowej.

Literatura:

1. W. Szczepaniak, Metody instrumentalne w analizie chemicznej, PWN, Warszawa, 2004.
2. Z. Witkiewicz, Podstawy chromatografii, WNT, Warszawa, 2003.
3. A. Cygański, Podstawy metod elektroanalitycznych, WNT, Warszawa, 1999.
4. A. Cygański, Metody spektroskopowe w chemii analitycznej, WNT, Warszawa, 2002.
5. Z. Kęcki, Podstawy spektroskopii molekularnej, PWN, Warszawa, 1998.
6. G. W. Ewing, Metody instrumentalne w analizie chemicznej, PWN, Warszawa, 1980.
7. Z. Minczewski, Z. Marczenko, Chemia analityczna, tom 1 i 2, Analiza instrumentalna, PWN, Warszawa, 2009.
8. A. Hulanicki, Współczesna chemia analityczna - wybrane zagadnienia, PWN, Warszawa, 2001.
9. R. Kocjan, Chemia analityczna. Analiza instrumentalna 2, Wydawnictwo lekarskie PZWL, Warszawa 2000.