

Część A.

Obowiązuje znajomość instrumentalnych metod analizy ilościowej i jakościowej (spektrofotometrii absorpcyjnej i emisyjnej, spektroskopii magnetycznego rezonansu jądrowego i spektrometrii masowej, metod radiometrycznych, metod elektrochemicznych i metod rozdzielczych), w szczególności:

Spektroskopia absorpcyjna UV/VIS

1. Jaki jest podział spektroskopii wg:
 - a. zakresu długości promieniowania
 - b. metody otrzymywania widma
 - c. rodzaju form energii występujących w układach materialnych
 - d. rodzaju układu materialnego
 - e. rodzaju zachodzącego zjawiska
2. Podaj definicje transmitancji, absorbancji, molowego współczynnika absorpcji i absorpcji właściwej.
3. Podaj i omów prawo Lamberta-Beera i prawo addytywności.
4. Podaj definicje takich cech promieniowania elektromagnetycznego jak: częstotliwość, długość fali, energia kwantu i liczba falowa.
5. Przelicz liczbę falową $\nu = 5000 \text{ cm}^{-1}$ na długość fali w nm oraz długość fali $\lambda = 1128 \text{ nm}$ na liczbę falową w cm^{-1} .
6. Oblicz energię w dżulach i elektronowoltach dla promieniowania o długości $\lambda = 500 \text{ nm}$.
7. Oblicz energię w dżulach i elektronowoltach dla promieniowania o liczbie falowej $\nu = 4000 \text{ cm}^{-1}$.
8. Niech transmitancja $T = 15\%$, $l = 5 \text{ mm}$, $c = 1,55 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l}$, $M_{cz} = 142$. Oblicz molowy współczynnik absorpcji ϵ_m i absorpcję właściwą związku $E_{1\%}^{1 \text{ cm}}$.
9. Co to jest elektronowe widmo absorpcyjne, jakie są rodzaje pasm elektronowych ?
10. Co to jest układ chromoforowy, grupa auksochromowa, przesunięcie batochromowe, hipsochromowe, efekt hiperchromowy i hipochromowy ?
11. Omów związek pomiędzy widmem elektronowym a jego budową chemiczną.
12. Jak powstają obserwowane pasma absorpcyjne w spektrofotometrii UV i VIS ?
13. Wyjaśnij na przykładach, jakie elementy struktury jonu lub cząsteczki warunkują wystąpienie barwy substancji w zakresie światła widzialnego.
14. Omów metodę tzw. krzywej wzorcowej.
15. W jaki sposób wyznaczamy charakterystykę barwnika ?

Spektroskopia w podczerwieni (MIR, NIR)

16. Na jakie zakresy dzielimy promieniowanie podczerwone? Podaj odpowiedź w nm i cm^{-1} .
17. W jaki sposób powstają i do czego służą widma w podczerwieni analitycznej (MIR)?
18. Wymień wszystkie rodzaje drgań w cząsteczce.
19. Podaj warunek absorpcji promieniowania podczerwonego.
20. Wymień źródła i detektory promieniowania podczerwonego stosowane w spektrometrach IR.
21. Opisz sposób otrzymywania widm IR dla ciał stałych, cieczy i gazów.
22. Jakim przejściom energetycznym odpowiada absorpcja w zakresie MIR a jakim w NIR?
23. Jakie są zalety i wady oznaczeń techniką spektrometrii NIR w porównaniu z MIR?
24. Opisz sposób oznaczania zawartości substancji czynnej w tabletkach przy pomocy spektroskopii NIR na przykładzie z pracowni.
25. W jaki sposób spektrometrię NIR można wykorzystać do rozróżniania odmian polimorficznych oraz próbek substancji stałych, różniących się wielkością kryształu.
26. Opisz sposób identyfikacji jakościowej substancji stałych przy pomocy spektroskopii NIR na przykładzie z pracowni.
27. Co to są widma pochodne i dlaczego są one wykorzystywane w spektroskopii NIR?
28. Co rozumiemy pod pojęciem chemometria?
29. Co to są główne składowe i jak wykorzystuje się je w spektroskopii NIR?

Spektroskopia magnetycznego rezonansu jądrowego (NMR)

30. Opisz teorię absorpcji promieniowania radiowego przez jądra atomowe.
31. Co to jest przesunięcie chemiczne δ ? Opisz jego zależność od czynników wewnętrznych i zewnętrznych.
32. Omów informacje zawarte w widmie ^1H NMR.

Atomowa spektroskopia absorpcyjna (ASA)

33. Opisz teorię absorpcji promieniowania elektromagnetycznego przez wolne atomy.
34. Opisz zastosowanie oraz charakterystykę ASA.
35. Opisz aparaturę stosowaną w absorpcyjnej spektroskopii atomowej.

Spektrometria mas (MS)

36. Opisz teorię spektrometrii masowej (MS) i sposoby fragmentacji.
37. Co to jest widmo masowe ?
38. Co to jest: pik molekularny (macierzysty), główny, izotopowy ?
39. Opisz zastosowanie MS do analizy związków organicznych.
40. Opisz spektrometr masowy – budowa (schemat) i zasada działania.

Metody emisyjne

41. Podaj i omów podział metod emisyjnych ze względu na sposób wzbudzenia.
42. Co to jest zjawisko luminescencji?
43. Podaj podział luminescencji ze względu na rodzaj czynników, które ją wywołują.
44. Opisz zjawisko fluorescencji i fosforescencji.
45. Narysuj i omów diagram Jabłońskiego.
46. Podaj i omów wzór na natężenie promieniowania fluorescencyjnego.
47. Narysuj i omów wykres zależności natężenia promieniowania fluorescencyjnego od stężenia luminoforu. Wyjaśnij pojęcie wygaszania stężeniowego.
48. Podaj charakterystyczne cechy luminescencji jako metody analitycznej.
49. Opisz zastosowanie metod luminescencyjnych.
50. Kiedy atom może emitować energię i od czego zależy intensywność promieniowania emitowanego ?
51. Co to jest widmo liniowe ?
52. Wyjaśnij pojęcie linii rezonansowej.
53. Omów zależność intensywności promieniowania od stężenia w fotometrii płomieniowej.
54. Jakie pierwiastki można oznaczać metodą fotometrii płomieniowej ?
55. Omów oznaczenie zawartości sodu w próbce stosując fotometrię płomieniową.
56. Omów budowę fotometru płomieniowego.
57. Podaj przykłady zastosowania fotometrii płomieniowej w medycynie.

Elektrochemia

58. Omów budowę elektrody kalomelowej.
59. Omów budowę elektrody szklanej kombinowanej.
60. Omów pomiar kwasowości przy pomocy elektrody szklanej.
61. Podaj i omów na przykładzie działanie elektrod wskaźnikowych.
62. Podaj przykłady elektrod odniesienia i omów działanie jednej z nich.
63. Podaj wzór Nernsta na potencjał elektrody szklanej.
64. Jakie elektrody można stosować jako elektrody odniesienia i wyjaśnij dlaczego potencjał tych elektrod jest stały w danej temperaturze ?
65. Omów na przykładzie oznaczenie potencjometryczne słabego kwasu.
66. Wyjaśnij mechanizm działania elektrody szklanej kombinowanej.
67. Co to jest charakterystyka elektrody szklanej ?
68. Jakimi metodami (stosowanymi na ćwiczeniach) można wyznaczyć PR w oznaczeniu słabego kwasu mocną zasadą ?
69. Na czym polega błąd sodowy i kwasowy w charakterystyce elektrody szklanej oraz jak można go uniknąć ?
70. Wymień i omów wady i zalety metod potencjometrycznych.
71. Podaj konwencjonalną definicję pH.
72. Podaj definicję stałej dysocjacji i stałej protonowania reakcji.
73. Jaki jest związek pomiędzy stałą dysocjacji a stałą protonowania ?
74. Co wyraża równania Nernsta? Podaj jego wzór i omów części składowe dla elektrody chlorosrebrowej. Przedstaw schemat elektrochemiczny tej elektrody. Jaką rolę spełnia ona w kombinowanej elektrodzie szklanej ?
75. Podaj definicję, wzór i jednostki przewodnictwa molowego.
76. Omów i podaj wzory na graniczne przewodnictwo równoważnikowe.
77. Jaką wielkość elektryczną wyznacza się w konduktometrii ?
78. Co nazywamy przewodnictwem molowym i przewodnictwem molowym granicznym ?
79. Jaka jest różnica pomiędzy przewodnictwem molowym i równoważnikowym ?
80. Podaj zastosowanie metody konduktometrycznej.
81. Podaj zasadę pomiaru przewodnictwa i prowadzonych na pracowni miareczkowań konduktometrycznych.
82. Wymień czynniki niezbędne do prawidłowego przeprowadzenia miareczkowania konduktometrycznego.
83. Podaj klasyfikację metod elektroanalitycznych biorąc za podstawę zjawiska zachodzące w ogniwie.

84. Omów czynniki wpływające na wartość przewodnictwa elektrycznego elektrolitu.
85. Zdefiniuj graniczne przewodnictwo równoważnikowe. Uzasadnij celowość wprowadzenia tego pojęcia.
86. Opisz na czym polega miareczkowanie konduktometryczne. Omów warunki stosowania tego typu miareczkowania.
87. Narysuj przykładowe krzywe dla miareczkowania konduktometrycznego w przypadku miareczkowań:
- A) mocnego kwasu mocną zasadą
 - B) mocnego kwasu słabą zasadą
 - C) słabego kwasu mocną zasadą
 - D) soli mocnego kwasu i słabej zasady mocną zasadą
 - E) słabego kwasu słabą zasadą
- Uzasadnij zmiany przewodnictwa zachodzące podczas miareczkowania (przed PR, w PR, za PR) w powiązaniu z zachodzącą reakcją.

Chromatografia

88. Omów zasadę analizy chromatograficznej. Wymień rodzaje chromatografii.
89. Zdefiniuj i wymień rodzaje fazy stacjonarnej, ruchomej i nośnika.
90. Omów współczynnik retencji jako podstawowy parametr rozdziału chromatograficznego.
91. Omów parametry rozdziału stosowane do opisu chromatografii cienkowarstwowej. Podaj definicje i sposób obliczenia.
92. Omów parametry retencji stosowane w chromatografii kolumnowej. Podaj definicje i sposób obliczenia.
93. Omów zjawiska wpływające na sprawność kolumny chromatograficznej.
94. Omów warunki uzyskania rozdziału chromatograficznego. Wymień i omów stosowane techniki rozdziału.
95. Omów zasady ogólne technik chromatograficznych:
- stosowany sprzęt
 - identyfikacja substancji analizowanych
 - ilościowa analiza chromatograficzna
 - materiały
 - sposoby nanoszenia próbki i rozwijania chromatogramu
96. Omów metodę chromatografii bibułowej.

97. Chromatografia cienkowarstwowa – opisz z uwzględnieniem metod oznaczania składu mieszanin analizowanych.
98. Chromatografia gazowa – opisz z uwzględnieniem rodzaju stosowanych kolumn i rodzaju analizy.
99. Wysokosprawna chromatografia cieczowa (HPLC) – rodzaje stosowanych kolumn i zastosowanie analityczne.

Chemia radiacyjna

100. Omów rodzaje przemian promieniotwórczych.
101. Podaj rodzaje promieniowania stosowane w metodach radiometrycznych.
102. Co to jest aktywność promieniotwórcza i okres półtrwania ?
103. Opisz metodę rozcieńczeń izotopowych.

Metody optyczne

104. Wymień i krótko omów rodzaje metod optycznych.
105. Od czego zależy natężenie promieniowania rozproszonego? Podaj i omów odpowiedni wzór.
106. Omów metodę nefelometryczną.
107. Omów metodę turbidymetryczną.
108. Omów zastosowanie nefelometrii i turbidymetrii

Część B.

Znajomość kryteriów doboru metod analitycznych

109. Przedstaw możliwy zakres informacji analitycznej. Wymień rodzaje i scharakteryzuj.
110. Wymień i opisz elementy procesu analitycznego: (rodzaje obiektów obserwowanych i przetwarzanych w procesie; źródła, rodzaje i obróbka informacji; czynności związane z planowaniem i realizacją procesu analitycznego)
111. Opisz kryteria wyboru techniki analitycznej, opartej na cechach analitu (budowa chemiczna; cechy fizykochemiczne analitu; reaktywność chemiczna analitu).
112. Opisz kryteria wyboru metody analitycznej opartej na szczegółowych informacjach o metodzie, próbkach oraz analizie (selektywność odczynnika i metody; specyficzność odczynnika i metody; uniwersalność metody; czułość metody; dokładność i precyzja metody).

113. Opisz kryteria wyboru procedury analitycznej: (wielkość i szczególne warunki pobierania próbki reprezentatywnej; potrzeba izolowania analitu i szczególne warunki przygotowania próbki laboratoryjnej; używane stężenia, objętość i czystość odczynników; szczególne warunki i sposób wykonania pomiaru; sposób przedstawienia wyników);
114. Opisz wpływ kryteriów ekonomicznych na planowanie procesu analitycznego: (skład matrycy – aparatura i zdolność rozdzielcza; koszty inwestycyjne; koszty eksploatacyjne; koszty osobowe; kryterium ochrony środowiska; stosowanie metod nieniszczących.)
115. Podstawowe źródła informacji pomocne w wyborze metody analitycznej.
116. Kryteria wyboru metody badawczej zależne od właściwości próbki i wymogów zadania analitycznego (wpływ cech próbki i wymagań określonych przez zleceniodawcę na ograniczenia i wskazania analityczne).
117. Opisz jakie kryteria spełniają następujące metody ilościowego oznaczania chlorków: Mohra i Volharda, potencjometryczna i nefelometryczna.
118. Opisz jakie kryteria spełniają następujące metody ilościowego oznaczania Cu^{2+} : jodometryczna, kolorymetryczna i absorpcji atomowej ASA.
119. Opisz jakie kryteria spełniają następujące metody ilościowego oznaczania ryboflawiny: kolorymetryczna, fluorymetryczna i chromatograficzna.
120. Zaproponuj i krótko omów metody ilościowego oznaczania kwasu cetylosalicylowego. Podaj jakie spełniają kryteria oznaczania. Wymień i krótko scharakteryzuj poznane techniki termooanalityczne.

Część C.

Wiedza na temat pochodzenia błędów w analizie chemicznej i zasad walidacji metod

Błędy i walidacja

1. Omów sposoby wyznaczania i miary: dokładności metody; precyzji metody (w tym powtarzalności oznaczeń, odtwarzalności oznaczeń).
2. Przy pomocy poznanego na zajęciach testu Q - Dixona oceń, która wartość z podanej serii pomiarowej powinna zostać odrzucona jako odstająca przy podanym/przyjętym poziomie istotności lub z podanym prawdopodobieństwem.
3. Przy jakim poziomie istotności wartość najmniejsza lub największa z danej serii pomiarowej powinna a przy jakim nie powinna zostać odrzucona.
4. Wymień i krótko scharakteryzuj dwa omawiane na zajęciach rodzaje błędów systematycznych i metody ich szacowania/wprowadzania poprawek.

5. Scharakteryzuj rodzaje błędów w analizie chemicznej: błędy przypadkowe; błędy systematyczne (przyczyny) i podział – błędy metodyczne, błędy aparaturowe, błędy indywidualne, błędy grube (przyczyny), błąd bezwzględny, błąd względny.
6. Omów elementy składowe walidacji metody analitycznej:
 - a. wybór krzywej kalibracji;
 - b. określenie zakresu prostoliniowości krzywej kalibracji;
 - c. wyznaczenie czułości metody;
 - d. badanie dokładności i precyzji metody;
 - e. wyznaczenie granicy wykrywalności i oznaczalności;
 - f. oznaczenie stabilności analitu;
 - g. wyznaczenie odzysku analitu;
 - h. oszacowanie selektywności metody.

Na egzaminie obowiązuje **materiał teoretyczny** zamieszczony w podręcznikach i materiałach dydaktycznych, przedstawiony na wykładach i ćwiczeniach oraz znajomość przebiegu i zastosowania eksperymentów wykonywanych w ramach zajęć praktycznych (pracownia).

Zagadnienia rachunkowe obowiązują zgodnie z realizowanym programem.

ŹRÓDŁA

1. Z. Szmał, T. Lipiec, „Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej”
2. R. Kocjan, „Chemia analityczna „
3. D. Kealey, P.J. Haines, „Chemia analityczna”
4. D.A. Skoog, „Podstawy chemii analitycznej”.
5. Skrypt „Ćwiczenia rachunkowe z chemii analitycznej”
6. W. Szczepaniak, „Metody instrumentalne w analizie chemicznej”
7. Materiał teoretyczny zawarty w wykładach i ćwiczeniach z chemii analitycznej