

Zagadnienia z przedmiotu „CHEMIA ANALITYCZNA I INSTRUMENTALNA” dla II roku farmacji

Część A.

Znajomości klasycznych metod analizy ilościowej: wagowej, objętościowej (redoksymetrii, alkacymetrii, argentometrii i kompleksometrii)

Analiza klasyczna

1. Podaj definicje podstawowych pojęć z zakresu chemii analitycznej: próbka, próbka laboratoryjna, próbka analityczna, próba ślepa, metoda analityczna, wykrywanie, oznaczanie, czułość, metody analityczne, dokładność metody analitycznej, selektywność metody analitycznej, precyzja, specyficzność metody.
2. Opisz podstawowy sprzęt laboratoryjny stosowany w analizie ilościowej klasycznej (wagowej i objętościowej).
3. Opisz sposób wyznaczania współmierności kolby do pipety.
4. Opisz zasady korzystania z wagi analitycznej. Czułość i nośność wagi.

Analiza wagowa

5. Osady w analizie chemicznej. Omów rodzaje osadów analitycznych.
6. Mechanizm rozpuszczania substancji stałych. Proces solwatacji i hydratacji.
7. Wyjaśnij pojęcie iloczynu rozpuszczalności.
8. Omów czynniki wpływające na rozpuszczalność trudno rozpuszczalnych osadów.
9. Wpływ pH na wytrącanie trudno rozpuszczalnych osadów.
10. Wpływ wspólnego jonu na rozpuszczalność osadów.
11. Efekt solny – wpływ obcych jonów na rozpuszczalność osadów.
12. Omów: czystość osadów analitycznych oraz zjawisko współwytrącania i proces starzenia się (dojrzewania) osadów.
13. Jakie warunki musi spełniać osad w oznaczeniach wagowych ?
14. Techniki odsączania i przemywania osadów.
15. Typy sączków analitycznych. Prawidłowe zakładanie sączka. Rodzaje lejków.
16. Suszenie i prażenie osadów w analizie wagowej.
17. Źródła i ocena błędów w analizie wagowej.
18. Obliczanie wyników w analizie wagowej. Co rozumiesz pod pojęciem – faktor (mnożnik analityczny) ?

Analiza objętościowa

19. Przedstaw podział metod miareczkowych ze względu na:
 - typ zachodzącej reakcji (wymienić i krótko opisać);

- sposób indykacji punktu równoważności;
- sposób prowadzenia miareczkowania.

20. Podaj definicję miareczkowania bezpośredniego, odwrotnego, podstawieniowego i pośredniego.

21. Wymień warunki, jakie muszą spełniać reakcje chemiczne wykorzystywane w analizie miareczkowej

Alkacymetria

22. Wyprowadź wzór na pH:

- słabego kwasu
- słabej zasady;
- soli słabego kwasu i mocnej zasady;
- soli słabej zasady i mocnego kwasu.

23. Zdefiniuj pojęcie roztworu buforowego i pojemności buforowej. Omów działanie buforu. Określ zakres stosowania buforu (od czego zależy pojemność buforowa).

24. Narysuj krzywe miareczkowania: a) mocnego kwasu mocną zasadą; b) słabego kwasu mocną zasadą; c) słabej zasady mocnym kwasem; d) kwasu H_3PO_4 mocną zasadą; e) soli Na_2CO_3 mocnym kwasem. Zaznacz na krzywej punkty charakterystyczne.

25. Omów, na przykładzie krzywej miareczkowania, związek pomiędzy punktem równoważnikowym PR, punktem końcowym PK i błędem miareczkowania. Zaznacz skok miareczkowania i określ od czego zależy.

26. Oblicz pH w wybranym punkcie krzywej miareczkowania.

27. Podaj definicję i omów zasadę działania wskaźników w alkacymetrii na przykładzie oranżu metylowego albo fenoloftaleiny. Co to jest zakres wskaźnikowy i z czego wynika?

28. Wymień roztwory mianowane stosowane w alkacymetrii.

29. Podaj jakie warunki musi spełniać substancja wzorcowa stosowana do nastawiania miana roztworów.

30. Wymień sposoby przygotowywania roztworów mianowanych. Omów metody nastawiania miana metodami: bezpośrednich i pośrednich odważek.

31. Określ czynniki, od których zależy dokładność oznaczeń miareczkowych, podaj źródła błędów w analizie miareczkowej.

32. Określ, od czego zależy wielkość odważki potrzebnej do oznaczenia stężenia titranta. Oblicz odważkę mając odpowiednie dane.

33. Omów ograniczenia w stosowaniu oranżu metylowego i fenoloftaleiny jako wskaźników w miareczkowaniach alkacymetrycznych. Uwzględnij przypadki miareczkowania: mocnego kwasu mocną zasadą; słabego kwasu mocną zasadą; słabej zasady mocnym kwasem.

34. Omów postępowanie w przypadku oznaczania miana HCl, uwzględniając przyczyny

- błędów związanych z określeniem końca reakcji i sposoby ich minimalizacji.
35. Omów mianowanie roztworów NaOH, uwzględniając możliwość obecności węglanów.
36. Określ trwałość roztworu mianowanego NaOH i sposoby przeciwdziałania zmianom stężenia roztworu.
37. Omów sposób wyznaczenia punktu końcowego miareczkowania w przypadku oznaczeń NaOH, CH₃COOH, uwzględniając obecność węglanów w roztworach NaOH.
38. Oblicz zawartości węglanu i wodorowęglanu w mieszaninie na podstawie wyników miareczkowania alkacymetrycznego.

Nadmanganianometria

39. Wymień substancje wzorcowe stosowane do nastawiania miana roztworu manganianu(VII)potasu KMnO₄. Omów sposób wyznaczenia PR reakcji.
40. Opisz przygotowanie i nastawianie miana roztworu KMnO₄ (równania reakcji oraz obliczanie stężeniaroztworów).
41. Podaj przyczyny nietrwałości wodnych roztworów nadmanganianu potasu KMnO₄.
42. Omów reakcje nadmanganianu potasu KMnO₄ w zależności od pH środowiska.
43. Podaj, jakie czynniki mają wpływ na szybkość reakcji red-oks.
44. Omów wpływ temperatury i zjawisko autokatalizy w reakcji KMnO₄ z Na₂C₂O₄.
45. Opisz nadmanganometryczne oznaczanie żelaza Fe²⁺ (równanie reakcji, wyprowadzenie wzoru na obliczanie zawartości żelaza).
46. Narysuj krzywą miareczkowania redoksymetrycznego przy miareczkowaniu jonów Fe²⁺ roztworem KMnO₄.
47. Omów przyczyny nietrwałości rozcieńczonych roztworów wody utlenionej.
48. Oznaczenie nadtlenu wodoru H₂O₂ (równanie reakcji, wyprowadzenie wzoru na obliczenie zawartości H₂O₂).

Jodometria

49. Omów dwa poznane typy oznaczeń jodometrycznych.
50. Wymień roztwory mianowane stosowane w jodometrii. Podaj przyczyny nietrwałości tych roztworów, poparte odpowiednimi równaniami reakcji.
51. Wymień substancje podstawowe stosowane do nastawiania miana roztworów w jodometrii. Omów ich zalety i wady.
52. Opisz metodę nastawiania roztworu mianowanego w jodometrii z podaniem reakcji chemicznych. Uzasadnij dlaczego KI użyty w oznaczeniu musi być wolny od jodanu i użyty w dużym nadmiarze.
53. Omów wpływ środowiska w przypadku mianowania roztworu jodu tiosiarczanem sodu.

Określ, w jakim przypadku tiosiarczan musi być dodawany niewielkimi porcjami.

54. Omów dobór wskaźnika stosowanego w oznaczeniach jodometrycznych. Wyjaśnij dlaczego skrobię dodajemy pod koniec miareczkowania.
55. Omów jodometryczne oznaczanie jonów $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$. Określ, jakie warunki muszą być spełnione, aby reakcja przebiegła ilościowo? (pH roztworu, sposób wykonania miareczkowania).
56. Omów jodometryczne oznaczanie arsenu. Wyjaśnij rolę używanego w oznaczeniu KHCO_3 .

Kompleksometria

57. Opisz sposób mianowania wersenianu disodowego (EDTA).
58. Jaki wpływ ma budowa chemiczna EDTA na właściwości jego połączeń z jonami metali? Jakie inne kompleksy są stosowane w kompleksometrii?
59. Narysuj krzywą miareczkowania kompleksometrycznego i wyjaśnij jej przebieg.
60. Wymień rodzaje miareczkowań kompleksometrycznych i krótko je opisz..
61. Wyjaśnij zasadę działania metalowskaźników.
62. Wymień warunki jakie powinny spełniać wskaźniki stosowane w kompleksometrii.
63. Omów wskaźniki stosowane na ćwiczeniach w oznaczeniach kompleksometrycznych? Podaj wzory, zasady ich działania i zastosowanie.
64. Wymień jony metali oznaczanych na pracowni metodą miareczkowania bezpośredniego w kompleksometrii.
65. Opisz oznaczanie cynku metodą kompleksometryczną. Podaj reakcje i uzasadnij konieczność stosowania odpowiedniego pH środowiska reakcji.
66. Opisz oznaczanie miedzi metodą kompleksometryczną. Napisz reakcje, podaj pH w jakim ta reakcja zachodzi i stosowany wskaźnik.

Argentometria

67. Przedstaw zasady mianowania roztworu AgNO_3 używanego w argentometrii. Wymień dwie substancje, które mogą być zastosowane jako substancje wzorcowe do mianowania AgNO_3 . Wymień jony, które można oznaczać w środowisku obojętnym metodą Mohra. Wymień znane ci wskaźniki stosowane w argentometrii.
68. Podaj przyczyny, które sprawiają, że chlorki metodą Mohra można oznaczać jedynie w środowisku obojętnym. Wyjaśnienie zilustruj odpowiednimi równaniami reakcji.
69. Wymień trzy kationy i trzy aniony, których obecność w roztworze chlorków powoduje, że do oznaczania jonów chlorkowych nie można zastosować metody Mohra. Odpowiedź uzasadnij dodatkowo równaniami reakcji.
70. Jaką rolę w metodzie Mohra oznaczania chlorków odgrywa chromian potasu?

71. W jakim celu dodawany jest nitrobenzen w metodzie Volharda przy oznaczaniu chlorków? Wyjaśnij, dlaczego związek ten nie jest konieczny przy oznaczaniu jonów Br^- i I^- metodą Volharda.
72. Wymień potrzebne roztwory mianowane w metodzie Volharda oraz przedstaw sposób ich przygotowania.

Część B.

Analiza instrumentalna

Znajomości instrumentalnych metod analizy ilościowej i jakościowej (spektrofotometrii absorpcyjnej i emisyjnej, technik termooanalitycznych, spektrometrii masowej, metod radiometrycznych, metod elektrochemicznych i metod rozdzielczych)

Spektroskopia absorpcyjna UV/VIS

- Omów podział spektroskopii wg:
 - zakresu długości fali promieniowania;
 - metody wywołania sygnału i powstania widma
 - rodzaju energii występujących w układach materialnych
 - rodzaju układu materialnego
 - rodzaju zachodzącego zjawiska
- Podaj definicje transmitancji, absorbancji, molowego współczynnika absorpcji i absorpcji właściwej.
- Podaj i omów prawo Lamberta-Beera i prawo addytywności absorpcji.
- Omów przyczyny odstępstw od prawa Lamberta-Beera.
- Podaj definicje, takich cech promieniowania elektromagnetycznego, jak: częstotliwość, długość fali, energia kwantu i liczba falowa.
- Przelicz liczbę falową $\nu = 5000 \text{ cm}^{-1}$ na długość fali wyrażoną w nm oraz długość fali $\lambda = 1128 \text{ nm}$ na liczbę falową wyrażoną w cm^{-1} .
- Oblicz energię kwantów wyrażoną w dżulach i elektronowoltach dla promieniowania o długości $\lambda = 500 \text{ nm}$.
- Oblicz energię kwantów w dżulach i elektronowoltach dla promieniowania o liczbie falowej $\nu = 4000 \text{ cm}^{-1}$
- Oblicz molowy współczynnik absorpcji ϵ_m i absorpcję właściwą związku $\text{E}^{1\%}_{1 \text{ cm}}$ jeżeli transmitancja $T = 15\%$, $l = 5 \text{ mm}$, $c = 1,55 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l}$, $M_{\text{cz}} = 142$.
- Omów podstawy teoretyczne spektrofotometrii UV/VIS
- Zdefiniuj elektronowe widmo absorpcyjne. Wymień rodzaje pasm elektronowych.
- Omów pojęcia: układ chromoforowy, grupa auksochromowa, przesunięcie batochromowe, hipsochromowe, efekt hiperchromowy i hipochromowy.
- Omów związek pomiędzy widmem elektronowym a budową cząsteczki.
- Omów jak powstają obserwowane pasma absorpcyjne w spektrofotometrii UV i VIS ?

15. Wyjaśnij na przykładach, jakie elementy struktury jonu lub cząsteczki warunkują wystąpienie barwy substancji w zakresie światła widzialnego.
16. Omów metodę analityczną tzw. krzywej wzorcowej.
17. Zaproponuj i omów spektrofotometryczną metodę oznaczania jonów Fe^{2+} .
18. W jaki sposób wyznaczamy charakterystykę spektralną barwnika?
19. Opisz sposób wyznaczania stałej dysocjacji metodą spektrofotometryczną.
20. Omów warunki stosowania spektrofotometrycznej metody wyznaczania pK.
21. Omów w jakich zakresach promieniowania występują widma rotacyjne, oscylacyjne i elektronowe. Podaj związek ilościowy zachodzący pomiędzy energią rotacyjną, oscylacyjną a elektronową cząsteczki.
22. Zilustruj za pomocą schematu skutek absorpcji kwantów promieniowania z zakresu UV-VIS, przez cząsteczki związków chemicznych. Uwzględnij teorię orbitali molekularnych.
23. Scharakteryzuj rodzaje elektronów walencyjnych wchodzących w skład cząsteczki acetonu.
24. Uszereguj wg wzrastającej energii możliwe przejścia elektronowe w cząsteczkach związków organicznych.
25. Zdefiniuj i podaj przykład grupy chromoforowej.
26. Co to jest przesunięcie batochromowe i jaką rolę odgrywają grupy auksochromowe (podaj przykłady) w spektroskopii UV-VIS.
27. Podaj możliwe przyczyny odchyleń od praw absorpcji.

Spektroskopia w podczerwieni (MIR, NIR)

28. Podaj zakresy spektroskopii IR w nm i cm^{-1} .
29. W jaki sposób powstają i do czego służą widma w podczerwieni analitycznej (MIR)?
30. Wymień wszystkie rodzaje drgań atomów w cząsteczce.
31. Podaj warunek absorpcji promieniowania podczerwonego.
32. Wymień źródła i detektory promieniowania podczerwonego stosowane w spektrometrach IR.
33. Opisz sposoby otrzymywania widm IR dla ciał stałych, cieczy i gazów.
34. Podaj długość fali (w nm) odpowiadającą liczbie falowej 4000 cm^{-1} .
35. Jakim przejściom energetycznym odpowiada absorpcja w zakresie MIR a jakim w NIR?
36. Jakie są zalety i wady oznaczeń techniką spektrometrii NIR w porównaniu z MIR?
37. Opisz sposób optymalizacji czasu mieszania substancji proszkowych przy pomocy spektroskopii NIR.
38. Opisz sposób oznaczania zawartości substancji czynnej w tabletkach przy pomocy spektroskopii NIR na przykładzie z pracowni.
39. W jaki sposób spektrometrię NIR można wykorzystać do rozróżniania odmian polimorficznych oraz próbek substancji stałych, różniących się wielkością kryształu.

40. Opisz sposób identyfikacji jakościowej substancji stałych przy pomocy spektroskopii NIR na przykładzie z pracowni.
41. Co to są widma pochodne i dlaczego są one wykorzystywane w spektroskopii NIR?
42. Opisz badanie struktury chloramfenikolu wykonywane w czasie ćwiczeń.
43. Obliczyć teoretyczną liczbę falową pasa kombinowanego drgania $\nu_a + \delta_r$ grupy CH_2 , jeżeli liczby falowe poszczególnych drgań wynoszą 3055 (ν_a) i 896 (δ_r) cm^{-1} .
44. Obliczyć teoretyczną liczbę falową 1 nadtonu drgania rozciągającego grupy $\text{C}=\text{O}$, jeżeli drganie podstawowe tej grupy ma liczbę falową 1710 cm^{-1} .
45. Porównać spektroskopię MIR i NIR pod względem zakresu absorpcji, rodzaju obserwowanych drgań, selektywności strukturalnej i sposobu przygotowania próbek.
46. Przedstaw na schematach i krótko scharakteryzuj rodzaje drgań podstawowych grupy CH_2 .
47. Scharakteryzuj krótko poznane zastosowania spektroskopii NIR w przemyśle farmaceutycznym.
48. Opisz w skrócie zastosowanie spektroskopii NIR do optymalizacji procesu mieszania masy tabletkowej.

Spektroskopia magnetycznego rezonansu jądrowego (NMR)

49. Opisz teorię absorpcji promieniowania radiowego przez jądra atomowe.
50. Podaj wzór i definicję przesunięcia chemicznego δ . Opisz jego zależność od czynników wewnętrznych i zewnętrznych oraz zastosowanie w analizie struktury związków organicznych.
51. Omów informacje zawarte w widmie ^1H NMR.
52. Podaj przykłady zastosowania w analizie strukturalnej metody NMR
53. Wymień i krótko scharakteryzuj najważniejsze elementy opisujące strukturę widma magnetycznego rezonansu jądrowego jąder wodoru ^1H -NMR.
54. W jaki sposób na podstawie widma ^1H -NMR można rozróżnić podane związki chemiczne.

Atomowa spektroskopia absorpcyjna (ASA)

55. Opisz teorię absorpcji promieniowania elektromagnetycznego przez wolne atomy.
56. Omów zastosowanie oraz charakterystykę ASA.
57. Opisz aparaturę stosowaną w absorpcyjnej spektroskopii atomowej.

Spektrometria mas (MS)

58. Opisz teorię spektrometrii mas (MS). Podaj sposoby fragmentacji cząsteczki.
59. Omów co rozumiesz pod pojęciem widmo masowe ?

60. Co to jest: pik molekularny (macierzysty), główny, izotopowy ?
61. Opisz zastosowanie MS do analizy związków organicznych.
62. Opisz spektrometr masowy – budowa (schemat ideowy) i zasada działania.
63. Opisz sposób badania struktury związku chemicznego i oznaczania jego masy molowej za pomocą spektrometrii masowej MS.
64. Omów, jakie najważniejsze informacje dotyczące struktury cząsteczki można uzyskać z analizy widma masowego MS

Metody emisyjne

65. Omów podstawy teoretyczne metod emisyjnych
66. Podaj i omów podział metod emisyjnych ze względu na sposób wzbudzania.
67. Omów zjawisko luminescencji.
68. Podaj podział luminescencji ze względu na rodzaj czynników, które ją wywołują.
69. Opisz zjawisko fluorescencji i fosforescencji.
70. Narysuj i omów diagram Jabłońskiego.
71. Podaj i omów wzór na natężenie promieniowania fluorescencyjnego.
72. Narysuj i omów wykres zależności natężenia promieniowania fluorescencyjnego od stężenia luminoforu.
73. Wyjaśnij pojęcie wygaszania stężeniowego.
74. Podaj charakterystyczne cechy luminescencji jako metody analitycznej.
75. Opisz zastosowanie metod luminescencyjnych.
76. Kiedy atom może emitować energię i od czego zależy intensywność promieniowania emitowanego ?
77. Co rozumiesz pod pojęciem widmo liniowe ?
78. Wyjaśnij pojęcie linii rezonansowej.
79. Omów zależność intensywności promieniowania od stężenia w fotometrii płomieniowej.
80. Omów oznaczenie zawartości sodu w próbce stosując metodę fotometrii płomieniowej.
81. Omów budowę fotometru płomieniowego. Jakie pierwiastki można oznaczać metodą fotometrii płomieniowej ?
82. Podaj przykłady zastosowania fotometrii płomieniowej w medycynie.

Elektrochemia

83. Omów podstawowy podział elektrod.
84. Omów podział elektrod jonoselektywnych.
85. Omów budowę elektrody kalomelowej.
86. Omów budowę elektrody szklanej kombinowanej i omów mechanizm jej działania.
87. Omów pomiar kwasowości przy pomocy elektrody szklanej.

88. Podaj i omów na przykładzie działanie elektrod wskaźnikowych.
89. Podaj przykłady elektrod odniesienia i omów działanie jednej z nich.
90. Podaj wzór Nernsta na potencjał elektrody szklanej.
91. Porównaj klasyfikacje metod elektroanalitycznych wg IUPAC oraz zjawisk zachodzących w ogniwie.
92. Jakie elektrody można stosować jako elektrody odniesienia i wyjaśnij dlaczego potencjał tych elektrod jest stały w danej temperaturze ?
93. Omów oznaczenie metodą potencjometryczną słabego kwasu na przykładzie ćwiczenia wykonanego na pracowni.
94. Wyjaśnij mechanizm działania elektrody szklanej kombinowanej.
95. Co to jest charakterystyka elektrody szklanej ?
96. Jakimi metodami (stosowanymi na pracowni) można wyznaczyć PR w oznaczeniu słabego kwasu mocną zasadą ?
97. Na czym polega błąd sodowy i kwasowy w charakterystyce elektrody szklanej oraz jak można go uniknąć?
98. Wymień i omów wady i zalety metod potencjometrycznych.
99. Podaj konwencjonalną definicję pH.
100. Wyjaśnij na czym polegają pomiary porównawcze w pehametrii.
101. Podaj definicję stałej dysocjacji i stałej protonowania reakcji.
102. Co wyraża równanie Nernsta? Podaj jego wzór i omów części składowe dla elektrody chlorosrebrowej. Przedstaw schemat elektrochemiczny tej elektrody. Jaka rolę spełnia ona w kombinowanej elektrodzie szklanej ?
103. Narysuj krzywą miareczkowania konduktometrycznego i omów od czego zależy przewodnictwo w każdym charakterystycznym obszarze tej krzywej przy miareczkowaniu
 - a). słabego kwasu mocną zasadą
 - b). mocnego kwasu mocną zasadą
 - c). soli słabej zasady i mocnego kwasu
104. Podaj definicję, wzór i jednostki przewodnictwa molowego.
105. Omów czynniki wpływające na konduktancję roztworów.

106. Krzywe miareczkowania konduktometrycznego: miareczkowanie titrantem mocnym i słabym, miareczkowania strąceniowe. Miareczkowania dwu składników.
107. Omów i podaj wzory na graniczne przewodnictwo równoważnikowe.
108. Jaką wielkość elektryczną wyznacza się w konduktometrii ?
109. Co nazywamy przewodnictwem molowym i przewodnictwem molowym granicznym ?
110. Jaka jest różnica pomiędzy przewodnictwem molowym i równoważnikowym ?
111. Narysuj i omów krzywe miareczkowania konduktometrycznego na przykładzie oznaczeń przeprowadzonych na ćwiczeniach.
112. Podaj zastosowania metody konduktometrycznej. Podaj wady i zalety miareczkowań konduktometrycznych.
113. Podaj zasadę pomiaru przewodnictwa i prowadzonych na ćwiczeniach miareczkowań konduktometrycznych.
114. Wymień czynniki niezbędne do prawidłowego przeprowadzania miareczkowania konduktometrycznego.
115. Podaj klasyfikację metod elektroanalitycznych biorąc za podstawę zjawiska zachodzące w ogniwie.
116. Omów czynniki wpływające na wartość przewodnictwa elektrycznego elektrolitu.
117. Zdefiniuj graniczne przewodnictwo równoważnikowe. Uzasadnij celowość wprowadzenia tego pojęcia.
118. Omów warunki stosowania metod konduktometrycznych.
119. Uzasadnij zmiany przewodnictwa zachodzące podczas miareczkowania konduktometrycznego (przed PR, w PR, za PR) w powiązaniu z zachodzącą reakcją.
120. Narysuj przykładowe krzywe dla miareczkowania konduktometrycznego w przypadku miareczkowań:
 - A) mocnego kwasu mocną zasadą
 - B) mocnego kwasu słabą zasadąUzasadnij zmiany przewodnictwa zachodzące podczas miareczkowania (przed PR, w PR, za PR) w powiązaniu z zachodzącą reakcją.
121. Narysuj przykładowe krzywe dla miareczkowania konduktometrycznego w przypadku miareczkowań:
 - A) słabego kwasu mocną zasadą
 - B) soli mocnego kwasu i słabej zasady mocną zasadą
 - C) słabego kwasu słabą zasadą

Chromatografia

122. Omów zasadę analizy chromatograficznej. Podział chromatografii ze względu na rodzaj fazy ruchomej i stacjonarnej.
123. Zdefiniuj i wymień rodzaje fazy stacjonarnej, ruchomej i nośnika w chromatografii.
124. Omów współczynnik retencji jako podstawowy parametr rozdziału chromatograficznego.
125. Omów parametry rozdziału stosowane do opisu chromatografii cienkowarstwowej. Podaj definicje i sposób obliczenia.
126. Omów parametry retencji stosowane w chromatografii kolumnowej. Podaj definicje i sposób obliczenia.
127. Omów zjawiska wpływające na sprawność kolumny chromatograficznej.
128. Omów metodę chromatografii bibułowej.
129. Chromatografia cienkowarstwowa – opisz krótko z uwzględnieniem metod oznaczania składu mieszanin analizowanych.
130. Chromatografia gazowa – opisz z uwzględnieniem rodzaju stosowanych kolumn i rodzaju analizy.
131. Wysokosprawna chromatografia cieczowa (HPLC) – rodzaje stosowanych kolumn i zastosowanie analityczne.
132. Omów zastosowanie analityczne metod chromatograficznych.
133. Omów wymagania wobec fazy ruchomej w chromatografii cieczowej.
134. Omów wymagania wobec próbki w chromatografii HPLC.
135. Rodzaje sorbentów stosowanych w TLC, jakie mechanizmy retencji na nich zachodzą.
136. Wyjaśnij pojęcia: szereg eluotropowy rozpuszczalników, dwuwymiarowa TLC, C8, NP TLC.
137. Porównaj chromatografię TLC i HPTLC.
138. Kolumny chromatograficzne stosowane w GC.
139. Wymagania wobec fazy ruchomej w chromatografii gazowej.
140. Fazy stacjonarne stosowane w GC.
141. Opisz detektory stosowane w chromatografii gazowej.
142. Opisz rodzaje kolumn stosowanych w HPLC.
143. Na czym polega elucja izokratyczna i gradientowa.
144. Opisz detektory systemu HPLC.
145. Opisz jakościową analizę związków z wykorzystaniem chromatografii cienkowarstwowej.
146. Opisz ilościową analizę związków z wykorzystaniem chromatografii cienkowarstwowej.

Metody optyczne

147. Wymień najważniejsze metody optyczne stosowane w chemii analitycznej i zjawiska fizyczne wykorzystywane w każdej z nich.

148. Omów różnicę pomiędzy metodą nefelometryczną a turbidymetryczną.

149. Od czego zależy natężenie promieniowania rozproszonego? Podaj i omów odpowiedni wzór.
150. Omów metodę nefelometryczną.
151. Omów metodę turbidymetryczną.
152. Omów zastosowanie nefelometrii i turbidymetrii w analizie chemicznej.
153. Opisz możliwość potwierdzania struktury związków organicznych za pomocą refrakcji molowej.
154. Nazwij i opisz zjawisko fizyczne leżące u podstaw polarymetrii. Podaj prosty przykład cząsteczki związku chemicznego i jego właściwość strukturalną umożliwiającą oznaczanie polarymetrycznie.
155. Wymień znane metody uzyskiwania światła spolaryzowanego. Co to jest skręcalność właściwa i w jaki sposób można ją wykorzystywać do oznaczania analitu.
156. Wymień poznane układy dyspersyjne i krótko je scharakteryzuj wskazując różnice we właściwościach fizykochemicznych.

Chemia radiacyjna

157. Opisz rodzaje przemian promieniotwórczych.
158. Opisz rodzaje promieniowania jądrowego.
159. Opisz zjawisko rozpadu promieniotwórczego w czasie (odpowiednie wzory, wykres, stała rozpadu, czas połowicznego rozpadu).
160. Co to jest aktywność promieniotwórcza, podaj definicję jej jednostki.
161. Omów metodę rozcieńczeń izotopowych.

Część C.

Znajomości kryteriów doboru metod analitycznych

Kryteria doboru i oceny metody analitycznej

1. Przedstaw możliwy zakres informacji analitycznej. Wymień rodzaje i scharakteryzuj.
2. 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)
3. Opisz kryteria wyboru techniki analitycznej, opartego na cechach analitu (budowa chemiczna; cechy fizykochemiczne analitu; reaktywność chemiczna analitu).
4. Opisz kryteria wyboru metody analitycznej opartego na szczegółowych informacjach o metodzie, próbce oraz analizie (selektywność odczynnika i metody; specyficzność odczynnika i metody; uniwersalność metody; czułość metody; dokładność i precyzja metody).
5. Opisz kryteria wyboru procedury analitycznej: (wielkość i szczegółowe warunki pobierania próbki reprezentatywnej; potrzeba izolowania analitu i szczegółowe warunki przygotowania próbki laboratoryjnej; używane stężenia, objętość i czystość odczynników; szczegółowe warunki i sposób wykonania pomiaru; sposób przedstawienia wyników);
6. 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.)
7. Podstawowe źródła informacji pomocne w wyborze metody analitycznej.
8. 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).
9. Opisz jakie kryteria spełniają następujące metody ilościowego oznaczania chlorków: Mohra i Volharda, potencjometryczna i nefelometryczna.
10. Opisz jakie kryteria spełniają następujące metody ilościowego oznaczania Cu^{2+} : jodometryczna, kolorymetryczna i absorpcji atomowej ASA.
11. Opisz jakie kryteria spełniają następujące metody ilościowego oznaczania ryboflawiny: kolorymetryczna, fluorymetryczna i chromatograficzna.
12. Zaproponuj i krótko omów metody ilościowego oznaczania kwasu acetylosalicylowego. Podaj jakie spełniają kryteria oznaczania.
13. Wymień i krótko opisz zastosowania poznanych technik termooanalitycznych w przemyśle farmaceutycznym.
14. Wymień i krótko scharakteryzuj poznane techniki termooanalityczne.

Część D.

Wiedzy 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:
 - a. błędy przypadkowe;
 - b. błędy systematyczne (przyczyny), podział – błędy metodyczne, błędy aparaturowe,
 - c. błędy indywidualne
 - d. błędy grube (przyczyny)
 - e. 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. Szmal, 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