

II ANALIYKA MEDYCZNA

CHROMATOGRAFIA

zakres materiału do kolokwium

1. Definicja chromatografii.
2. Klasyfikacja metod chromatograficznych.
3. Parametry chromatograficzne.
 - a) oceniające chromatogram wewnętrzny
 - b) oceniające chromatogram zewnętrzny (całkowity czas retencji, zerowy czas retencji, zredukowany czas retencji, objętość retencji, współczynnik retencji (k), współczynnik selektywności α , współczynnik rozdzielania R_s , współczynnik asymetrii).
4. Sprawność i selektywność (wzór Purnella).
5. Zjawisko sorpcji i desorpcji.
6. Podstawowe mechanizmy retencji (podziałowy, adsorpcyjny, jonowymienny, żelowo-permeacyjny).
7. Izotermy sorpcji (definicja, rysunki).
8. Teoria póltek, wartość HETP (dawne WRPT), równanie Van Deemtera.
9. Chromatografia podziałowa
 - a) wymagania dotyczące nośnika i fazy ruchomej
 - b) ogólne zasady rozdziału
 - c) pojęcia: szereg eluotropowy, współczynnik podziału, indeks C/O
10. Chromatografia adsorpcyjna
 - a) podstawowe równania
 - b) sorbenty (podział i wymagania)
 - c) dobór fazy ruchomej i sorbentu
11. Chromatografia jonowymienna
 - a) jonity (budowa i podział)
 - b) najważniejsze grupy funkcyjne jonitów, powinowactwo
 - c) mechanizm wymiany jonowej,
 - d) pojemność jonitu, punkt przebiecia kolumny.
12. Chromatografia żelowo-permeacyjna
13. Chromatografia w normalnym układzie faz i odwróconym układzie faz.
14. Elucja izokratyczna i gradientowa.
15. Wysokosprawna chromatografia cieczowa HPLC

- a) aparatura + schemat blokowy
 - b) fazy ruchome (własności fizykochemiczne, klasyfikacja, zastosowanie)
 - c) fazy stacjonarne (własności fizykochemiczne, klasyfikacja zastosowanie)
 - d) mechanizmy rozdziału (podziałowe, adsorpcyjne, chromatografia związków zjonizowanych, związków o różnej polarności)
 - d) rozdzielanie związków chiralnych
 - e) analiza ilościowa (metoda wzorca zewnętrznego i wewnętrznego)
 - f) analiza jakościowa
 - g) zastosowanie w analizie farmaceutycznej
16. Chromatografia cienkowarstwowa TLC
- a) rodzaje chromatografii planarnej (izokratyczna i wielokrotna, cyrkularna i antycyrcularna)
 - b) parametry wpływające na rozdzielczość
 - c) czynniki wpływające na wartość retencji
 - d) adsorbenty (żel krzemionkowy-dokładnie)
 - e) adsorbenty dezaktywowane
 - f) komory chromatograficzne
 - g) rozwijanie plamek i wizualizacja
 - h) zastosowanie w analizie jakościowej i ilościowej
17. Chromatografia z fazą ruchomą w stanie nadkrytycznym (SFC).
18. Chromatografia gazowa
- a) gaz nośny (rodzaje, wymagania, czystość, ciśnienie i przepływ)
 - b) aparatura + schemat chromatografu gazowego
 - c) chromatografia GLC i GSC (na czym polega)
 - d) parametry retencyjne
 - e) rozmycie pasma (równanie Deemtera)
 - f) wpływ temperatury na retencje
 - g) chromatografia izotermiczna i z programowaniem temperatury
 - h) sposoby dozowania próbek
 - i) kolumny pakowane i kapilarne (fazy stacjonarne)
 - j) detektory (FID- dokładnie)
 - k) analiza jakościowa (indeks retencji Kovatsa)
 - l) analiza ilościowa (pole powierzchni pików symetrycznych i niesymetrycznych, obliczanie stężeń składnika)
 - ł) metody kalibracyjne (wzorzec zewnętrzny i wewnętrzny)

Literatura podstawowa:

1. Kocjan R.: Chemia analityczna Tom 2. PZWL, Warszawa, 2020.
2. Szczepaniak W.: Metody instrumentalne w analizie chemicznej. PWN, Warszawa, 2020

Literatura uzupełniająca:

1. Skoog D., West D., Holler J., Crouch S.: Podstawy chemii analitycznej. PWN, Warszawa, 2007
2. Farmakopea Polska, Wyd. XII, 2020