



KROMATOGRAFISK ANALYS

KAK050

Chromatographic Analysis

Antal högskolepoäng: 7,5. **Betygskala:** TH. **Nivå:** A (Avancerad nivå).

Undervisningspråk: Kursen ges på begäran på engelska. **Alternativobligatorisk för:** MBIO1, MLIV1. **Valfri för:** B4l, B4mb, K4l. **Kursansvarig:** Universitetslektor Margareta Sandahl, Margareta.Sandahl@analykem.lu.se och forskare tekn. dr. Clas Wesén 0703-978762, Clas.Wesen@analykem.lu.se, Teknisk analytisk kemi. **Förkunskapskrav:**

KAK016 Analytisk kemi. **Kan ställas in:** Vid mindre än 6 anmälda. **Begränsat antal platser:** Ja. **Urvalskriterier:** Antalet poäng som återstår till examen.

Prestationsbedömning: Skriftlig tentamen omfattande föreläsningar, övningar, all litteratur och laborationer. För slutbetyg krävs också godkända laborationer, laborationsrapporter och muntlig seminarieredovisning av en forskningspublikation.

Hemsida: <http://www.tak.lth.se>.

Syfte

Kursen skall ge fördjupade kunskaper och insikter i analytisk kemi med betoning på analytiska separationstekniker. Häri ingår de vanligt förekommande teknikerna gaskromatografi (GC) och kolonnvätskekromatografi (HPLC), men också de mer speciella kapillärelektrofores (CE) och fältflödesfraktionering (FFF). Härutöver behandlas kvalitativ masspektrometri (MS) men även masspektrometern direktkopplad till en gaskromatograf (GC-MS) som selektiv detektor för kvantitativ analys. Masspektrumtolkning får särskild uppmärksamhet.

Kursen skall medverka till att utveckla förmågan att självständigt utföra kemiska analyser, värdera val av, och optimering av, betingelser i analytiska metoder samt ge förutsättningar för att skapa en sammanhängande helhetsyn på ämnet. Detta skall ge en grund till förmågan att utveckla nya analytiska metoder som kan appliceras i nya områden.

I experimentella laborationer utvecklas färdigheter i planering och utförande av analytiska separationer, samt masspektrometri, och tränas bearbetning och mätvärdesbehandling av experimentella data. Tekniska rapporter, på olika avancemangsnivåer, alltid med beaktande av gällande säkerhets-, miljö- och kvalitetsnormer, ger fördjupad övning i att korrekt och relevant beskriva vad som utförts i experimenten samt de erhållna resultaten. Det nyss nämnda förutsätter att teknologen har aktivt deltagit i utförandet av samtliga laborationsmoment i samtliga laborationer samt aktivt deltagit i författandet av samtliga laborationsrapporter.

Ett "publikationsövningsseminarium" skall ge träning i att förstå och granska en

vetenskaplig text för en analysmetod samt att inöva grundläggande kunskaper om god laboratoriepraxis så som den uttrycks i s.k. metodvalidering. Seminariet ger dessutom erfarenhet och träning i muntlig och skriftlig presentation.

Mål

Kunskap och förståelse

För godkänd kurs skall studenten

- kunna redogöra för teorier på fördjupningsnivå inom gaskromatografi speciellt derivatframställning samt hur gaskromatografi kopplat till masspektrometri tillämpas (GC-MS) och hur detektor väljes med hänsyn till provämnetts egenskaper
- kunna redogöra för teorier på fördjupningsnivå inom vätskekromatografi (HPLC) och kunna beskriva olika stationära och mobila faser samt selektiva detektorer inom vätskekromatografi samt hur detektor väljs med hänsyn till provämnetts och provmatrisens egenskaper
- kunna beskriva grundläggande teori för kapillärelektrofores och hur kapillärelektrofores används för lågmolekylära ämnen och makromolekyler
- kunna beskriva grundläggande teorier för kvalitativ masspektrometrisk analys (GC-MS)
- kunna redogöra för olika provbehandlingsmetoder så som vätskeextraktion och fastfasextraktion
- kunna redogöra för innebörden av begrepp som kvalitetssäkring, kvalitetskontroll, god laboratoriepraxis (GLP) och metodvalidering

Färdighet och förmåga

För godkänd kurs skall studenten

- kunna med hjälp av teoretiska beräkningar optimera kromatografiska separationer
- kunna bedöma valet av vätskekromatografisk metod ("retentionsmekanism") baserat på provsubstansernas och provmatrisens egenskaper samt tillämpa detta experimentellt
- kunna bedöma valet av injektionsteknik i gaskromatografi
- kunna tolka experimentellt genererade masspektra för kvalitativ analys

Värderingsförmåga och förhållningssätt

För godkänd kurs skall studenten

- kunna bearbeta och behandla experimentellt genererade data, kvalitetsbedöma och sammanställa dessa i en teknisk rapport
- på ett självständigt sätt kunna söka, granska och värdera vetenskapligt information och presentera den både muntligt och skriftligt.

Innehåll

Laborationer: Experimentella laborationer genomförs som kvantitativ analys med gaskromatografi (areanormalisering) och vätskekromatografi samt kvalitativ analys med masspektrometri. De kvantitativa analyslaborationerna representerar vanligt förekommande metoder inom livsmedelsanalytisk, läkemedelsanalytisk kemi och samt miljöanalytisk kemi, men därutöver även biokemisk analytisk/bioanalytisk/klinisk kemi. Exempel på applikationer som utförs på laboratoriet är vätskekromatografisk bestämning av teofyllin i humanplasma samt askorbinsyra i urin. Kirala separationer av terbutalinenantiomerer studeras med kapillärelektroforesteknik.

Föreläsningar: Gaskromatografi, vätskekromatografi och masspektrometri behandlas på en

fördjupad nivå och med större bredd jämfört med i den obligatoriska grundnivåkursen Analytisk kemi för B3/K3. Detta gäller för både teori och experimentellt utförande.

I gaskromatografi behandlas ingående de teoretiska parametrarna för kapillärkolonner, detektorval, detektoregenskaper inkl. selektiva detektorer, injektorval, och injektoregenskaper och temperaturprogrammering samt kopplingen av gaskromatografi till masspektrometri (GC-MS). Här ligger fokus på kapillär-GC.

Den kolonnvätskekromatografiska (HPLC) tekniken behandlas ingående. De många olika vätskekromatografiska metoderna och deras detektionssystem behandlas. Särskilt berörs de olika retentionsformerna varvid alla vanligt förekommande typer av kolonnpackningsmaterial (stationära faser) behandlas, speciellt avseende med vilka elueringsmedel de kan kombineras, samt därtill selektiva detektorer, allt med hänsyn till provsubstansers olika karaktär. Gradienteluering inom vätskekromatografen behandlas. I proteinkromatografi med kolonnvätskekromatografi ges endast en kort orientering.

En fördjupad teoretisk behandling av kromatografi skall utveckla förmågan att optimera separationsbetingelser varvid viktiga begrepp såsom vandring, retention, separationsfaktor, zonspridning, upplösning, asymmetri, toppkapacitet och provkapacitet behandlas ingående.

Ytterligare separationsmetoder introduceras i denna kurs. Således behandlas kapillärelektrofores med grundläggande teori och utförande medan fältflödesfraktionering endast introduceras.

Grundläggande masspektrometri breddas med kvalitativ GC-MS som behandlas ganska ingående medan kvantitativ GC-MS endast belyses kortfattat.

Analyskvalitet behandlas med begrepp som kvalitetssäkring, kvalitetskontroll, god laboratoriepraxis (GLP) och metodvalidering, här uppmärksammas såväl provbehandling som slutanalys. Metodvalidering ingår även i laborationer och seminarieövning.

Tillämpning och utförande av analytisk kemi inom läkemedelsindustrin introduceras i denna kurs med betoning på produktanalytisk kemi och bioanalytisk kemi.

Övningar: Teoretiska övningar görs inom kromatografi och masspektrometri.

Datorövningar: Detta görs med ett simuleringsverktyg i kalkylprogram samt med ett kommersiellt träningsprogram om kolonnvätskekromatografi.

Texter: Texterna är av följande kategorier och alla är lika viktiga för kunskapsinhämtningen: kursboken (Harris), speciella kompendier, föreläsningstolpar samt laborationstext.

Skriftlig presentation: Detta övas genom gruppvis författande av kortfattade laborationsrapporter samt en utförlig laborationsrapport. Dessa betygsätts med godkänd/underkänd av handledaren.

Muntlig presentation: Detta övas i grupp genom ett s.k. publikationsseminarium i vilket görs en redovisning av en forskningspublikation. Betygsättning görs av handledaren genom godkänd/underkänd.

Litteratur

Harris, D C: Quantitative Chemical Analysis. Seventh ed. Freeman 2007. ISBN: 0-7167-7041-5.

Avd. för analytisk kemi: kompendier.

Avd. för analytisk kemi: laborationstext.