

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»
Хіміко-технологічний факультет

ЗАТВЕРДЖУЮ
Директор (декан)
хіміко-технологічного факультету
(назва інституту/факультету)

_____ І.М. Астрелін
(підпис) (ініціали, прізвище)

«_____» _____ 2015 р.

Методи розділення та ідентифікації сполук

ПРОГРАМА

навчальної дисципліни

підготовки бакалавр

напряму 6.051301 «Хімічна технологія»

(шифр за ОПІ 2.2.7)

Ухвалено методичною комісією
хіміко-технологічного факультету
Протокол від 28.05 2015 р. № 7

Голова методичної комісії
_____ О.В. Сангінова
(підпис)

«_____» _____ 2015 р.

Київ – 2015

РОЗРОБНИКИ ПРОГРАМИ:

Ст. викладач, канд. хімічних наук, Васькевич Алла Іржіївна
(посада, науковий ступінь, вчене звання, прізвище, ім'я, по батькові)

(підпис)

Професор, доктор хім.наук, ст.н.с. Прокопенко Віталій Анатолійович
(посада, науковий ступінь, вчене звання, прізвище, ім'я, по батькові)

(підпис)

(посада, науковий ступінь, вчене звання, прізвище, ім'я, по батькові)

(підпис)

Програму затверджено на засіданні кафедри
(повна назва кафедри)

фізичної хімії

Протокол від «____» _____ 2015 року № ____

Завідувач кафедри

(підпис) Чигиринець О.Е.
(ініціали, прізвище)

«____» _____ 2015 р.

Вступ

Програму навчальної дисципліни Методи розділення та ідентифікації сполук складено відповідно до освітньо-професійної програми підготовки бакалаврів напрямку (спеціальності) хімічна технологія.

Навчальна дисципліна належить до циклу вільного вибору студентів (професійна складова)

Предмет навчальної дисципліни методи хроматографічного, фотоколориметричного, спектрометричного, мас-спектрометричного, рентгено-структурного аналізу сполук та їх сумішей.

Міждисциплінарні зв'язки: навчальна дисципліна «Методи розділення та ідентифікації сполук» базується на знаннях та практичних навичках студентів з фізики, загальної та неорганічної хімії, органічної, аналітичної, фізичної хімії, хімії високомолекулярних сполук, колоїдної хімії. Знання та компетенції, отримані студентами в ході вивчення дисципліни, будуть необхідні при виконанні курсових робіт із тонкого органічного синтезу, при дослідженні складу та властивостей харчових добавок та косметичних засобів.

1. Мета та завдання навчальної дисципліни

1.1. Мета навчальної дисципліни.

Метою навчальної дисципліни є формування у студентів здатностей:

- використовувати хроматографічні методи для кількісного та якісного аналізу складних багатокомпонентних систем, а також для очистки хімічних сполук і розділення сумішей;
- використовувати основні фізичні та спектроскопічні методи ідентифікації для визначення складу та будови органічних і неорганічних сполук;
- розшифровувати та аналізувати спектри (УФ, ІЧ, ЯМР тощо).

1.2. Основні завдання навчальної дисципліни.

Згідно з вимогами освітньо-професійної програми студенти після засвоєння навчальної дисципліни мають продемонструвати такі результати навчання:

знання:

- теоретичних основ хроматографічних методів очистки, розділення, ідентифікації та встановлення кількісного складу;
- теоретичних основ фізичних та фізико-хімічних методів, зокрема - ЯМР, електронної спектроскопії, ІЧ-спектроскопії, мас-спектрометрії та хроматомас-спектрометрії, атомно-абсорбційної спектрофотометрії, кріоскопії, рентгеноструктурного аналізу;

уміння:

- розраховувати параметри хроматографічної колонки для ефективного розділення сумішей
- визначати по хроматограмі її основні характеристики
- одержувати та інтерпретувати спектри ЯМР, електронної спектроскопії, ІЧ-спектроскопії, мас-спектрометрії та хроматомас-спектрометрії, атомно-абсорбційної спектрофотометрії, кріоскопії, рентгеноструктурного аналізу з метою визначення складу

та будови відповідних хімічних сполук, що використовуються у технологіях харчових добавок та косметичних засобів;

досвід:

- практичного використання вказаних фізичних та фізико-хімічних (хроматографічних, спектроскопічних, спектрофотометричних тощо) методів для аналізу хімічних систем.

2. Структура навчальної дисципліни

На вивчення навчальної дисципліни відводиться 360 годин/ 10 кредитів ECTS.

Навчальна дисципліна містить кредитні модулі:

1) Методи розділення та ідентифікації сполук I

(назва кредитного модуля)

2) Методи розділення та ідентифікації сполук II

(назва кредитного модуля)

3) *Курсова робота.*

Рекомендований розподіл навчального часу

Форма навчання	Кредитні модулі	Всього		Розподіл навчального часу за видами занять				Семестрова атестація
		кредитів	годин	Лекції	Практичні (семінарські) заняття	Лабораторні роботи (комп'ютерні практикуми)	СРС	
Денна	<i>Всього</i>	<i>10</i>	<i>300</i>	<i>72</i>	<i>54</i>	<i>18</i>	<i>156</i>	
	<i>1</i>	<i>5,5</i>	<i>165</i>	<i>36</i>	<i>36</i>	<i>18</i>	<i>75</i>	<i>екзамен</i>
	<i>2</i>	<i>3,5</i>	<i>105</i>	<i>36</i>	<i>18</i>	-	<i>51</i>	<i>залік</i>
	<i>3</i>	<i>1</i>	<i>30</i>	-	-	-	<i>30</i>	<i>диф.залік</i>

3. Зміст навчальної дисципліни

Кредитний модуль 1.

1. Основи хроматографічного аналізу

Вступна частина. Хроматографічний аналіз як метод розділення рідких та газоподібних сумішей, що ґрунтується на різній сорбції їх компонентів твердим чи рідким сорбентом в заданих умовах. Функції рухомої та нерухомої фаз.

Класифікація хроматографічних методів за такими параметрами: агрегатний стан рухомої та нерухомої фаз, природа взаємодії між сорбентом та сорбатом, техніка виконання аналізу.

Основні етапи виконання класичного хроматографічного аналізу: отримання первинної та промитої хроматограм, вилучення речовини з фази сорбенту (елюювання, витіснення).

Основні положення теорії хроматографічного аналізу. Сили міжмолекулярної взаємодії (Ванн-Дер-Ваальса, водневий, донорно-акцепторний зв'язок). Поняття про сорбцію (адсорбцію, абсорбцію, розподіл), сорбент (адсорбент), сорбат (адсорбат), десорбцію. Фізичні та хімічні фактори, які впливають на величину сорбції.

Ізотерма адсорбції (Генрі, Ленгмюра, Фрейндліха. Основне рівняння лінійної ідеальної хроматографії.

Хроматограма, хроматографічний пік, характеристики утримування: утримуваний і виправлений утримуваний об'єм, час і виправлений час утримування, вільний час, вільний об'єм, індекс утримування Ковача. Способи якісного аналізу. Способи кількісного визначення: нормування, внутрішнього стандарту, зовнішнього стандарту (абсолютного калібрування).

Пояснення причин розмивання хроматографічних піків. Взаємозв'язок між типом ізотерми адсорбції (лінійна, опукла, увігнута) та формою хроматографічного піку. Основне рівняння лінійно-ідеальної хроматографії. Зв'язок між утримуваним об'ємом та коефіцієнтом розподілу.

Поняття про теорію еквівалентних тарілок. Параметри, за допомогою яких можна оцінити ефективність хроматографічної колонки Число теоретичних тарілок (N) та висота (H) еквівалентна теоретичній тарілці (ВЕТТ), експериментальне знаходження цих величин на підставі хроматографічного піку. Ефективність роботи колонки. Вплив на ефективність величини вільного (мертвого) об'єму.

Поняття про дифузійну (кінетичну) теорію. Рівняння Ван-Деємтера, визначення оптимальної швидкості рухомої фази.

Параметри, за допомогою яких можна оцінити селективність хроматографічної колонки: ступінь розділення, коефіцієнт селективності.

Роздільна здатність хроматографічної колонки. Вплив ефективності і селективності на роздільну здатність хроматографічної колонки. Оптимізація процесу розділення. Критерій (коефіцієнт) розділення. Коефіцієнт ємності колонки. Розрахунок оптимальної довжини хроматографічної колонки, яка забезпечує повне розділення двох речовин.

Адсорбенти і носії для хроматографії. Вимоги до адсорбентів та носіїв, які використовуються у хроматографічному розділенні. Класифікація адсорбентів за полярністю, пористістю.

Властивості найбільш вживаних адсорбентів і носіїв (силікагель, оксид алюмінію, активоване вугілля тощо).

Модифікування поверхні адсорбентів. Поняття про нормально-фазові (НФ) та обернено-фазові (ОФ) адсорбенти. Приклади прищеплених груп для НФ та ОФ хроматографії. Переваги прищеплено-фазових адсорбентів перед рідкими нерухомими фазами, нанесеними на носій. Механізм утримування молекул на ОФ адсорбентах.

Газова хроматографія. Принцип методу. Вимоги до визначуваних речовин. Газо-носії (рухома фаза) та вимоги до них. Блок-схема газового хроматографа (дозатор, термостат колонок, детектор). Типи хроматографічних колонок за призначенням, за способом заповнення сорбентом. Класифікація детекторів за універсальністю, за способом вимірювання (потоківі, концентраційні). Основні характеристики детектора (МВ, ЛДД). Принцип роботи: катарометра (ДТП), полуменево-іонізаційного (ПД), електронозахоплюючого (ЕЗД) детекторів.

Газо-адсорбційна хроматографія. Фізико-хімічні основи методу. Хроматографія з програмуванням температури. Застосування у якісному та кількісному аналізі. Газорідинна хроматографія. Фізико-хімічні основи методу. Рідкі нерухомі фази і вимоги для них.

Застосування газової хроматографії для якісного та кількісного визначення ароматичних харчових добавок.

Рідинна колонкова хроматографія. Принцип методу. Блок-схема рідинного хроматографа (блок подачі розчинника, введення проби, термостат, предколонка). Параметри хроматографічних колонок. Типи детекторів. Принцип роботи детекторів: рефрактометричного, спектрофотометричного (УФ, УФ-видимого), флуориметричного.

Рідинна адсорбційна хроматографія. Фізико-хімічні основи методу. Елюенти та вимоги до них, елюентна здатність, елюотропний ряд розчинників. Застосування у якісному та кількісному аналізі. Рідинна розподільна хроматографія. Фізико-хімічні основи методу. Рідкі нерухомі фази та вимоги до них. Застосування у якісному та кількісному аналізі.

Класична та високоефективна рідинна хроматографія (HPLC).

Гель-хроматографія. Принцип та фізико-хімічні основи методу. Носії, рухома та нерухома фази. Застосування в аналізі та для визначення молекулярних мас органічних сполук. Поняття про афінну хроматографію.

Площинна (планарна) хроматографія. Принцип розділення речовин у площинній хроматографії. Техніка проведення аналізу. Якісні характеристики площинної хроматографії: коефіцієнт рухомості (R_f), критерій розділення (R_s). Особливості хроматографії на папері. Нерухома і рухома фази, їх властивості та вимоги до них.

Особливості тонкошарової хроматографії. Адсорбенти та елюенти, їх властивості та вимоги до них. Поняття про класичну та високоефективну тонкошарову хроматографію (HPTLC).

Іонообмінна хроматографія. Принцип методу. Особливості обміну катіонів та аніонів на іонообмінних сорбентах (іонітах). Еквівалентність іонного обміну. Іоногенна група, рухомий іон. Класифікація іонітів за природою матриці (органічні і неорганічні) та за іонообмінними властивостями (катіоніти, аніоніти, біполярні), приклади іоногенних груп.

Неорганічні іонообмінні сорбенти, їх фізичні та хімічні властивості, сорбційна ємність. Модифіковані силікагелі. Органічні іонообмінні смоли. Принцип синтезу, фізичні та хімічні властивості іонітів.

Фізичні (зернистість, насипна маса, здатність до набухання, вологість у повітряно-сухому стані) та хімічні (статична обмінна ємність – СОЄ, динамічна обмінна ємність до проскоку – ДОЄ, та повна динамічна обмінна ємність – ПДОЄ) властивості іонообмінних сорбентів та методи їх визначення.

Фактори, які впливають на сорбцію іонів: величина заряду, радіус гідратованого іону, вплив на структуру води, енергія гідратації, здатність до набухання.

Основні положення іонообмінної хроматографії. Термодинамічна (Нікольського) та концентраційна константи іонного обміну. Константа селективності. Коефіцієнт селективності. Кінетика та динаміка іонного обміну.

Іонна хроматографія. Принцип методу. Відмінність від класичної іонообмінної хроматографії.

2. Основи електронної спектроскопії

Складові фізичних та фізико-хімічних методів аналізу та їх роль в ідентифікації органічних речовин. Елементний аналіз, ізотопний аналіз, структурно-груповий (включаючи функціональний і стереоспецифічний), молекулярний аналіз, фазовий аналіз і структурний аналіз.

Взаємодія речовини з електромагнітним випромінюванням. Електромагнітний спектр поглинання і випромінювання та його області. Процеси, що відбуваються при поглинанні або випромінюванні. Взаємозв'язок енергії та частоти електромагнітного випромінювання. Електронна, коливальна та оберտальна складові енергії.

Закони поглинання випромінювання в оптичному діапазоні. Залежність електронного спектру поглинання хімічної речовини від різних факторів. Основні закони поглинання оптичного випромінювання: закон Бугера-Ламберта, закон Бера та об'єднаний закон Бугера-Ламберта-Бера. Крива спектру поглинання та її похідні. Фізична природа забарвлення речовини. Основні та додаткові кольори. Сольватохромія. Позитивна та негативна сольватохромія. Хромофори та ауксохроми. Залежність між кольором та будовою сполуки. Батохромний та гіпсохромний зсув.

Природа видимого та УФ спектру. Енергетичні підрівні.

Електронні переходи та їх ефекти. Спектри електронних переходів (переходів валентних електронів). π - π^* , n - π^* , n - σ^* та $\sigma \rightarrow \sigma^*$ переходи. Довгохвильовий електронний перехід. Принцип Франка - Кондона. Форма смуг поглинання та випромінювання. Флуоресценція та фосфоресценція. Флуоресценція та люмінесценція. Дзеркальна симетрія спектрів поглинання та люмінесценції. Частота 0 - 0 переходу. Незалежність смуг люмінесценції від довжини хвилі збудження. Правило Стокса-Ломеля, Стоксів зсув. Діаграма Яблонського. Типи електронних переходів. Поляризаційні спектри поглинання та люмінесценції.

Фотометричний аналіз. Основні об'єкти аналізу, аналітичні та метрологічні характеристики. Чутливість, селективність електронної спектроскопії. Апаратура фотометричного аналізу, принципи

вимірювань. Прилади для спектрофотометрії та прилади для фотоколориметрії, їх оптичні схеми та принципи роботи.

Методи фотометричного аналізу: «Абсолютні» фотометричні методи визначення речовин. Методи визначення речовин в одно-, дво-, та багатокомпонентних системах; фотоколориметричний та спектрофотометричний аналізи.

Диференційні фотометричні методи аналізу. Методи визначення одного компоненту.

Диференційна спектрофотометрія багатокомпонентних систем. Спектрофотометричне титрування, визначення констант дисоціації органічних сполук. Екстракційно-фотометричний метод; Оптичні сорбційно-молекулярно-спектроскопічні методи. Порівняння та вибір методів фотометричного визначення.

Електронні спектри основних класів органічних сполук. Зв'язок електронних спектрів поглинання з будовою органічних сполук. Хромофори і ауксохроми. Електронні спектри карбонільних та карбоксильних сполук. Тіакарбонільні сполуки. Нітро - та нітрозосполуки. Ароматичні сполуки. Бензол та його похідні.

Атомно-абсорбційний елементний аналіз та атомно-емісійна спектроскопія. Принцип методів. Джерела світла. Атомні затори. Оптичні системи. Техніка та методика роботи на атомно-абсорбційних та атомно-емісійних приладах. Полум'яний атомно-абсорбційний аналіз. Особливості електротермічного способу атомізації. Формування аналітичного сигналу в електротермічній атомно-абсорбційній та атомно-емісійній спектроскопії. Органічні реагенти та металокомплексні сполуки як модифікатори в електротермічному атомно-абсорбційному аналізі. Використання атомно-абсорбційної спектроскопії та атомно-емісійної спектроскопії в аналітичній хімії різних об'єктів: харчових продуктів, природних та стічних вод.

Кредитний модуль 2.

1. Спектроскопія ядерного магнітного резонансу (ЯМР-спектроскопія)

Характеристика магнітних ядер (спін, магнітний момент, гіромагнітне відношення). Взаємодія магнітних моментів ядер з магнітним полем. Ядерна прецесія. Моделі, що використовуються для ілюстрації поведінки магнітних ядер в постійному магнітному полі. Макроскопічна ядерна намагніченість, залежність від температури та напруженості зовнішнього магнітного поля. Спін-граткова і спін-спінова релаксація, час релаксації. Розподілення ядер між рівнями енергії в зовнішньому магнітному полі (розподілення Больцмана). Умови ядерного магнітного резонансу. Основне рівняння ЯМР. Поняття про рівняння Блоха, форма сигналу ЯМР.

Способи реєстрації сигналу ЯМР – метод повільного проходження та Фур'є-спектроскопія. Вплив радіочастотного імпульсу на макроскопічну ядерну намагніченість. Спад вільної індукції (СВІ). Фур'є перетворення кривої спаду вільної індукції. Переваги Фур'є ЯМР-спектроскопії над методом повільного проходження. Блок-схема спектрометра ЯМР. Характеристики приладів ЯМР – чутливість та роздільна здатність, робоча частота. Обертання зразка та його наслідки. Розчинники в ЯМР та вимоги до них.

Хімічне зміщення сигналу ЯМР, константа екранування ядер, діамагнітний та парамагнітний вклади в константу екранування. Одиниці вимірювання хімічного зсуву в спектроскопії ЯМР. Поняття про ізохронні, хімічно (не)еквівалентні, магнітно (не)еквівалентні ядра. Еталонні речовини в спектроскопії ЯМР та вимоги до них, шкали хімічних змещень. Залежність хімічного зсуву від будови речовин (на прикладі ^1H -ЯМР та ^{13}C -ЯМР. Магнітно-анізотропні групи, їх вплив на навколишні ядра. Кільцеві ароматичні токи, їх вплив на резонанс навколишніх ядер. Використання хімічного зсуву в структурних дослідженнях. Кореляційні таблиці хімічних зсувів.

Спін-спінова взаємодія, її прояв в спектрах ЯМР. Мультиплетність сигналів ЯМР. Правила розщеплення ЯМР сигналів першого порядку. Константи спін-спінової взаємодії (КССВ), їх класифікація в залежності від кількості зв'язків між магнітними ядрами. Позначення спінових систем. Типовий вигляд сигналів ЯМР спінових систем AX, AB, AMX, ABC, AA'BB', AA'XX'. ЯМР Магнітних ядер в діастереотопних групах. Ефекти вищого порядку в спектрах ЯМР. Залежність КССВ від геометрії молекул. Формула Карплуса.

Аналіз типових спектрів ЯМР на ядрах ^1H . Знаходження та практичне використання параметрів ЯМР для дослідження складу та будови хімічних сполук.

Методики зйомки спектрів на ядрах ^{13}C , особливості (в порівнянні зі спектрами на ядрах ^1H). Кореляційні таблиці хімічних зсувів, типові (характеристичні) значення хімічних змещень для спектроскопії на ядрах ^{13}C .

Подвійний резонанс, практичне використання в ЯМР. Явище насичення в ЯМР, практичне застосування. Ефект Оверхаузера, практичне застосування.

Поняття про шкали хімічних змещень та властивості спектрів ЯМР на інших магнітних ядрах – ^{19}F , ^{31}P , ^{15}N , ^{14}N .

Шкала часу в ЯМР; швидкі та повільні процеси з точки зору ЯМР. Практичне знаходження константи швидкості обмінного процесу за спектрами ЯМР. ЯМР парамагнітних речовин, зсув та уширення сигналів ЯМР.

Поняття про двовимірну спектроскопію ЯМР. Принципова відмінність двовимірних спектрів ЯМР від одновимірних. Типи двовимірних спектрів. Двовимірні кореляційні спектри: методики COSY, HSQC, HMBC, NOESY, INADEQUATE. Способи зображення двовимірних спектрів. Двовимірна J-спектроскопія – кореляція хімічних зсувів з константами спін-спінової взаємодії.

Типи задач у хімії, що можуть бути розв'язані за допомогою двовимірних кореляційних спектрів. Приклади.

2. Спектроскопія інфра-червоного діапазону спектру - (ІЧ)–спектроскопія, інші фізико-хімічні методи ідентифікації органічних речовин

Основи теорії ІЧ спектроскопії. Взаємодія речовини з електромагнітним випромінюванням. Електромагнітний спектр та спектральні ділянки. Одиниці виміру. Умови виникнення ІЧ-спектра молекули.

Теорія коливальних спектрів. Коливання двохатомних молекул у наближенні гармонічного осцилятора. Ангармонічний осцилятор в квантовій механіці. Фундаментальні переходи у коливальних спектрах хімічних сполук. Їх число. Відображення в спектрах ангармонізму реальних молекул.

Силова стала та її фізичне тлумачення. Співвідношення між силовими сталими та енергіями дисоціації хімічних зв'язків. Імовірність переходів в ІЧС. Правила відбору, пов'язані з симетрією коливань. Зв'язок коливальних спектрів з будовою органічних речовин. Число полос в ІЧ-спектрі. Характеристичні частоти груп.

Коливання багатоатомних молекул. Нормальні коливання, їх число. Коливальні спектри трьохатомних лінійних молекул. Вироджені коливання. Резонанс Фермі. Інтенсивність ІЧ спектрів.

Спектри комбінаційного розсіювання (СКР). Природа спектрів комбінаційного розсіювання. Правило альтернативної заборони.

Коливальна спектроскопія як метод дослідження хімічних сполук. Спектрофотометри. Матеріали для кювет, розчинники. Методика одержання спектрів твердих, рідких і газоподібних речовин.

Характеристичні коливання. Концепція групових (характеристичних) коливань для аналізу ІЧ спектрів та її використання. Фактори, які впливають на значення характеристичних частот. Кореляційні таблиці. Характеристика окремих областей ІЧ спектрів.

Ідентифікація органічних сполук за класами. Поглинання аліфатичних, ненасичених, спряжених, ароматичних вуглеводнів. Поглинання оксигенвмісних сполук: спиртів та фенолів. Поглинання альдегідів, кетонів та карбонових кислот. Поглинання нітрогенвмісних сполук: аліфатичних та ароматичних амінів, нітрилів, нітросполук. Поглинання амідів карбонових кислот, амінокислот та пептидів.

Мас-спектрометрія. Основні принципи мас-спектрометрії, методи іонізації, методи розподілу і реєстрації іонів. Основні закони фрагментації органічних сполук. Підходи до інтерпретації мас-спектрів. Мас-спектрометрія високого розділення. Основні напрямки фрагментації найважливіших

класів органічних сполук в умовах електронної іонізації. Використання баз даних і бібліотек мас-спектрів для структурного аналізу.

Хроматомас-спектрометрія: поєднання хроматографії та мас-спектрометрії для ідентифікації та розділення органічних речовин в їх багатокомпонентних сумішах.

Рентгеноструктурний аналіз. Використання рентгенівської спектрометрії для ідентифікації органічних сполук, апаратура та методи.

Кріоскопія: метод визначення молярних мас органічних речовин, принцип методу, «депресія точки замерзання», молекулярна маса розчиненої речовини.

Капілярний електрофорез - розділення компонентів складних сумішей в кварцевому капілярі.

4. Рекомендована тематика практичних (семінарських) занять

Практичні заняття з дисципліни проводяться з метою закріплення теоретичних положень навчальної дисципліни і набуття студентами умінь та досвіду їх практичного застосування під керівництвом викладача шляхом виконання відповідно сформульованих завдань. Виходячи з розподілу часу на вивчення дисципліни, рекомендується: в кредитному модулі 1 – вісімнадцять практичних занять, в кредитному модулі 2 – дев'ять (з врахуванням часу на виконання контрольних робіт). Тематика практичних занять:

Основними цілями практичних занять є оволодіння навиками проводити інтерпретацію даних хроматографічного та спектрометричних аналізів: визначати основні хроматографічні та спектральні характеристики і робити на їх підставі висновки про хімічний склад і будову сполук.

Кредитний модуль 1

Заняття 1. Хроматограма, хроматографічний пік, характеристики утримування: утримуваний і виправлений утримуваний об'єм, час і виправлений час утримування, вільний час, вільний об'єм.

Заняття 2. Якісний аналіз. Індокси утримування Ковача.

Заняття 3-4. Способи кількісного визначення: нормування, внутрішнього стандарту, зовнішнього стандарту (абсолютного калібрування).

Заняття 5. Теорія еквівалентних тарілок. Число теоретичних тарілок (N) та висота (H) еквівалентна теоретичний тарілці (ВЕТТ).

Заняття 6. Параметри оцінки селективності хроматографічної колонки: ступінь розділення, коефіцієнт селективності. Критерій (коефіцієнт) розділення. Коефіцієнт ємності колонки. Розрахунок оптимальної довжини хроматографічної колонки.

Заняття 7. Рідина, газова, планарна, іонообмінна хроматографія.

Заняття 8. Електромагнітний спектр поглинання і випромінювання та його області. Діапазон спектру, що відповідає за електронні переходи. Процеси, що відбуваються у молекулах органічної речовини при поглинанні електромагнітного випромінювання.

Заняття 9. Взаємозв'язок енергії та частоти електромагнітного випромінювання. Зв'язок з фізикою та квантовою хімією. Принцип Борна - Опенгеймера.

Заняття 10. Методи підготовки зразків для запису електронних спектрів. Кювети. Підбір розчинників та концентрації. Розрахунок екстинції. Особливості реєстрації електронних спектрів твердих, рідких та газоподібних зразків.

Заняття 11. Візуальна колориметрія та її методи: стандартних серій, колориметричного титрування і порівняння.

Заняття 12. Вибір розчинника для вимірювання електронного спектру. Аналіз спектру. Оцінка якості спектру. Визначення довжини хвилі поглинання та екстинції. Інтерпретація спектрів.

Заняття 13. Молекулярні орбіталі на прикладі етилену, бутадієну, формальдегіду. ВЗМО та НВМО. Аналіз спектральної кривої, відносні інтенсивності смуг. Віднесення смуг. Опис спектру.

Заняття 14. Поняття про синглетний і триплетний стани. Коливальна релаксація. Внутрішня та інтеркомбінаційна конверсія.

Заняття 15. Електронні спектри основних класів органічних сполук. Спряжені полієнові системи. Дієни. Правила Фізера - Вудворда та Фізера - Куна. Алкіни. Поліалкіни. Приклади використання у біології. Ілюстрація спектру гемоглобіну та його похідних.

Заняття 16. Спектри випромінювання. Сольватохромія. Позитивна та негативна сольватохромія. Хромофори та ауксохроми. Залежність між кольором та будовою сполуки. Батохромний та гіпсохромний зсув.

Заняття 17. Відмінність методів атомно-абсорбційного елементного аналізу та атомно-емісійної спектроскопії. Техніка та методика роботи на атомно-абсорбційних та атомно-емісійних приладах. Термодинамічне моделювання процесів атомізації в атомно-абсорбційній спектроскопії.

Заняття 18. Ознайомлення з будовою та роботою основних вузлів атомно-абсорбційного спектрофотометра СФ-112. Особливості проведення атомно-абсорбційного аналізу, відмінності визначення слідових та великих кількостей елементів.

Кредитний модуль 2

Заняття 1-2. Хімічне зміщення сигналу ЯМР. Мультиплетність сигналів ЯМР. Правила розщеплення ЯМР сигналів першого порядку. Константи спин-спінової взаємодії КССВ.

Заняття 3-5. Інтерпретація спектрів ЯМР спінових систем AX, AB, AMX, ABC, AA'BB', AA'XX'. ЯМР магнітних ядер в діастереотопних групах. Ефекти вищого порядку в спектрах ЯМР. Залежність КССВ від геометрії молекул. Формула Карплуса.

Заняття 6. Основні поняття коливальної спектроскопії. Одиниці вимірювання в коливальній спектроскопії (довжина хвилі, частота, хвильове число) і їх взаємозв'язок. ІЧ-спектри та їх зв'язок з будовою органічних сполук. Фактори, що впливають на ІЧ-спектри.

Заняття 7. Опрацювання ІЧ-спектрів: співставлення ІЧ-спектру з будовою органічної речовини, визначення структурних елементів органічної молекули за відомим спектром. Кореляційні таблиці «частоти поглинання – групові коливання» та «частоти коливання – функціональні групи»

Заняття 8. Основні принципи хроматомас-спектрометрії: поєднання хроматографії та мас-спектрометрії для ідентифікації та розділення органічних речовин в їх багатокомпонентних сумішах.

Заняття 9. Рентгеноструктурний аналіз, криоскопія, капілярний електрофорез. Апаратура та методи. Фізико-хімічні (спектральні) методи визначення сильнодіючих та отруйних речовин

5. Рекомендований перелік лабораторних робіт (комп'ютерних практикумів)

Основними цілями лабораторних робіт є отримання студентами практичних навичок з методики підготовки зразків для спектральних досліджень, вивчення принципи роботи ЯМР, УФ, ІЧ спектрометрів, опанувати хроматографічні методи розділення сполук.

Робота 1 . Розділення суміші речовин за допомогою тонкошарової хроматографії.

Робота 2. Розділення суміші речовин за допомогою колонкової хроматографії.

Робота 3. Порівняльне фотометричне визначення концентрацій органічної речовини (метиленового блакитного та фурациліну) на однопроменевому (КФК) та двопроменевому (ФЭК-56М) приладах.

Робота 4. Визначення структурних елементів молекули органічної речовини та її будови за УФ- та ІЧ- спектрами.

6. Рекомендовані індивідуальні завдання

Програма вивчення дисципліни передбачає виконання курсової роботи з (кредитного модулю 1) та розрахункової роботи (з кредитного модулю 2) з метою закріплення теоретичних положень навчальної дисципліни і набуття студентами умінь та досвіду їх самостійного практичного застосування.

Тематика:

Аналіз хроматограми: визначення параметрів утримування, числа теоретичних тарілок (N) та висоти (H) еквівалентної теоретичній тарілці (ВЕТТ); оцінка селективності хроматографічної колонки: визначення ступеня розділення, коефіцієнту селективності, критерію (коефіцієнту) розділення, коефіцієнт ємності колонки; розрахунок оптимальної довжини хроматографічної колонки.

Основний закон світлопоглинання Бугера-Ламберта-Бера в експоненційній та логарифмічній формі, фізичний зміст величин, що входять до нього, відхилення від основного закону та причини, що їх обумовлюють. Принципи вибору оптимальних умов фотометричних визначень – розчинник, довжина хвиль, товщина кювет, область оптичних густин.

Методи розрахунків концентрацій органічних речовин за даними фотометрії, диференційна фотометрія, основний закон поглинання світла у диференційній фотометрії. Вибір довжини хвилі та розчину порівняння для кількісного аналізу у диференційній фотометрії. Вид графіків при однобічній та двобічній диференційній фотометрії.

7. Рекомендована література

1. Айвазов Б.В. *Введение в хроматографию*. Москва: Высшая школа, 1979.
2. Набиванец Б.И., Мазуренко Е.А. *Хроматографический анализ*. Киев: Вища школа, 1979.
3. Лисенко О.М., Набиванець Б.Й. *Вступ до хроматографічного аналізу*. Київ: Корвін-прес, 2005.
4. Карасек Ф., Клемент Р. *Введение в хромато-масс-спектрометрию*. Пер. с англ. -М.: Мир, 1993. - 37с.
5. Лебедев А. М. *Мас-спектрометрия органических веществ*. М.: 2005, 520 с.
6. Р. Эрнст, Дж. Боденхаузен, А. Вокаун. *Спектроскопия ЯМР в одном и двух измерениях*. 1990.
7. Н. М. Сергеев. *Спектроскопия ЯМР*. 1981.
8. Р. Сильверстейн, Г. Басслер, Т. Моррил. *Спектрометрическая идентификация органических соединений*. М.: Мир, 1977.
9. Д. Браун, Ф. Флойд, М. Сейнзбери. *Спектроскопия органических веществ*. М.: Мир, 1992.
10. Х.Гюнтер. *Введение в курс спектроскопии ЯМР*. М.: Мир, 1984.
11. Э. Дероум. *Современные методы ЯМР для химических исследований*. М.: Мир, 1992.
12. Калинин Б.Д., Плотников Р.И., Речинский А.А. *Применение рентгеновской спектрометрии для идентификации органических соединений и материалов*. Аналитика и контроль. 2011. т.15, № 1. С. 56-63.
13. Петерс Д. Х а й е с , Дж. Хифтье Г. *Химическое разделение и измерение. Теория и практика аналитической химии*. Пер. с англ. под ред. П. К. Агасяна. М.: Химия, 1978. 816 с.
14. Вайнфорднер Дж. В кн.: *Спектроскопические методы определения следов элементов*. Пер. с англ под ред. О.М. Петрухина, В.В. Недлера. М.: Мир 1979, с. 9-19, 428-477.
15. Булатов М.И., Калинин И. П. *Практическое руководство по фотометрическим методам анализа*. 5-е изд. Л.: Химия, 1986, 432 с.;
16. Бенуэлл К. *Основы молекулярной спектроскопии*. М. 1985, 379 с.
17. Свердлова О.В. *Электронные спектры в органической химии*. Л. 1985, 248 с.
18. Дж. Барлтроп, Дж. Кейл. *Возбужденные состояния в органической химии*. М.: Мир, 1978, 446 с.

19. Бардовский В.Ф., Ганопольский В.И. *Дифференциальный фотометрический анализ*. М.: Химия, 1969. 167 с.
20. Беликов В.Г. *Дифференциальная фотометрия*. Ставрополь: Ставропольское книжное изд-во, 1970, 136 с.
21. Блюм И.А. *Экстракционно-фотометрические методы анализа с применением основных красителей*. М: Наука, 1970, 220 с.
22. Headridge J.V. *Photometric Titrations*. Oxford: Pergamon Press, 1961. 131 p.
23. Underwood A. L. In: *Advances in Analytical Chemistry and Instrumentation*. Ed. Ch. N. Reilley. NY. e. a.: Interscience Publ. J. Wiley, 1964. v. 3, p. 31-104.
24. Рунов В. К., Тропина В. В. *Оптические сорбционно-молекулярно-спектроскопические методы анализа*. Журнал аналитической химии, 1996, том 51, № I, с. 71 - 77.
25. Казицына Л. А. и Куплетская Н. Б. Применение УФ-, ИК- и ЯМР-спектроскопии в органической химии. Учеб. пособие для вузов. М.: Высш. школа, 1971, 264 с.
26. Васильев В.П. *Аналитическая химия*. В 2 кн. Кн. 2 : *Физико-химические методы анализа*. М.: Дрофа, 2005. – 383 с.
27. Васильев В.П. *Аналитическая химия. Сборник вопросов, упражнений и задач*. М.: Дрофа, 2003. – 320 с.
28. Чакчир Б.А. *Фотометрические методы анализа : Методические указания*. СП.: СПХФА, 2006, 44 с.
29. Апраксин В.Ф. *Фотометрическое определение содержания фурацилина методом стандартной добавки : Методические указания*. СП.: КАХ, 2009, 7 с.

8. Засоби діагностики успішності навчання

Під час вивчення дисципліни проводиться поточний та підсумковий контроль успішності студентів. Для поточного контролю рекомендується проведення модульної контрольної роботи. Перелік тем, що виносяться на контрольну роботу заздалегідь оголошується студентам. Для підсумкового контролю використовуються: екзаменаційні білети з теоретичними та практичними завданнями, перелік яких заздалегідь оголошується студентам та комплект ККР.

9. Методичні рекомендації

Враховуючи обсяг дисципліни (10 кредитів ECTS) рекомендована кількість кредитних модулів – два.

Дисципліна викладається студентам однієї спеціальності без особливостей.

Для студентів **денної форми** навчання наступний розподіл часу вивчення дисципліни:

- лекції – один раз на тиждень.
- практичні заняття – один раз в навчальному тижні в кредитному модулі 1 та один раз на два навчальні тижні в кредитному модулі 2.
- лабораторні заняття – чотири лабораторних заняття по чотири години та одне – двогодинне.