



Методи розділення та ідентифікації сполук

Робоча програма навчальної дисципліни (Силабус)

Реквізити навчальної дисципліни

Рівень вищої освіти	<i>Перший (бакалаврський)</i>
Галузь знань	<i>16 Хімічна та біоінженерія</i>
Спеціальність	<i>161 Хімічні технології та інженерія</i>
Освітня програма	<i>Хімічні технології косметичних засобів та харчових добавок</i>
Статус дисципліни	<i>Нормативна</i>
Форма навчання	<i>змішана</i>
Рік підготовки, семестр	<i>3 курс, осінній семестр</i>
Обсяг дисципліни	<i>8 кредитів</i>
Семестровий контроль/ контрольні заходи	<i>Екзамен письмовий</i>
Розклад занять	<i>Лекція 3 години на тиждень (1,5 пари), практичні заняття 2 години на тиждень (1 пара), лабораторні заняття 2 години на тиждень (1 пара), за розкладом на rozklad.kpi.ua</i>
Мова викладання	<i>Українська</i>
Інформація про керівника курсу / викладачів	Лектори: д.т.н., професор Прокопенко Віталій Анатолійович, v.prokopenko@kpi.ua ¹ к.х.н. Компанець Михайло Олександрович, m.kompanets81@gmail.com Практичні / Семінарські: д.т.н., професор Прокопенко Віталій Анатолійович, v.prokopenko@kpi.ua к.х.н. Компанець Михайло Олександрович, m.kompanets81@gmail.com Лабораторні: д.т.н., професор Прокопенко Віталій Анатолійович, v.prokopenko@kpi.ua к.х.н. Компанець Михайло Олександрович, m.kompanets81@gmail.com
Розміщення курсу	Google Classroom (Google G Suite for Education, домен LLL.kpi.ua, платформа Sikorsky-distance); доступ за запрошенням викладача

Програма навчальної дисципліни

1. Опис навчальної дисципліни, її мета, предмет вивчення та результати навчання

Методи розділення та ідентифікації сполук знаходять є основою для визначення шляхів вирішення завдань хімічної технології загалом, та технології виробництва косметичних засобів, зокрема. Вибір коректного методу ідентифікації та очистки, як вихідної сполуки, так і компонентів фінального продукту визначає відповідність косметичного засобу стандартам якості та техніко- економічним вимогам виробництва. Здатність вибирати правильний метод ідентифікації, вміння коректно інтерпретувати результати аналізу методу встановлення структури є ключовим для бакалавра з хімічних технологій та інженерії.

¹ Електронна пошта викладача або інші контакти для зворотного зв'язку, можливо зазначити прийомні години або години для комунікації у разі зазначення контактних телефонів. Для силабусу дисципліни, яку викладає багато викладачів (наприклад, історія, філософія тощо) можна зазначити сторінку сайту де представлено контактну інформацію викладачів для відповідних груп, факультетів, інститутів.

Предмет дисципліни: методи ідентифікації та розділення сполук, що застосовуються для дослідження структури та чистоти вихідних сполук та продуктів, що можуть бути отримані в результаті в результаті типових хімічних промислових перетворень.

Метою дисципліни є формування у студентів здатностей:

- застосування хроматографічних методів для кількісного та якісного аналізу багатокомпонентних систем;
- використання хроматографічних методів для очистки концентрування та розділення хімічних сполук;
- використовувати основні фізичні та спектроскопічні методи ідентифікації для визначення складу та будови органічних і неорганічних сполук;
- розшифровувати та аналізувати спектри (УФ та видимого світла, ІЧ, ЯМР тощо).
- застосування методів ядерного магнітного резонансу для встановлення чи підтвердження будови хімічних сполук;
- – використання методів ядерного магнітного резонансу для кількісного та якісного аналізу багатокомпонентних систем;
- – здійснювати вибір та використовувати основні фізичні та спектроскопічні методи ідентифікації ІЧ-спектроскопію, спектроскопію комбінаційного розсіювання, масспектрометрію, хроматомасспектрометрію, рентгеноструктурний аналіз та інші для визначення складу та будови органічних і неорганічних сполук;
- – розшифровувати та аналізувати спектри (ІЧ, ЯМР, КР тощо).

Після засвоєння навчальної дисципліни студенти мають продемонструвати такі результати навчання:

знання:

- основних теоретичних принципів та практичних основ методів хроматографічної очистки, розділення, ідентифікації та встановлення кількісного складу;
- теоретичних основ фізичних та фізико-хімічних методів ідентифікації та встановлення кількісного складу, зокрема електронної спектроскопії, атомно-абсорбційної, атомно-емісійної спектрофотометрії.
- основних теоретичних принципів та практичних основ методів ядерного магнітного резонансу ;
- теоретичних основ фізичних та фізико-хімічних методів ідентифікації та встановлення кількісного складу, зокрема ІЧ-спектроскопії, спектроскопії комбінаційного розсіювання, мас-спектрометрії, хроматомасспектрометрії, рентгеноструктурного аналізу

уміння:

- визначати параметри хроматографічної колонки для ефективного розділення сумішей;
- визначати основні параметри хроматограми: об'єм, час, відстань утримування;
- виконувати інтерпретацію спектральних даних електронної спектроскопії, атомно-абсорбційної, атомно-емісійної спектрофотометрії та визначати на їх основі склад та будову хімічних сполук, та таких, що використовуються у технологіях харчових добавок та косметичних засобів;
- визначати за спектрами ^1H , ^{13}C , ^{19}F ЯМР склад та структурну формулу сполуки;
- визначати на основі спектрів ЯМР кількісне співвідношення речовин у сумішах;
- виконувати інтерпретацію спектральних даних ІЧ-спектроскопії, спектроскопії комбінаційного розсіювання, мас-спектрометрії, хроматомасспектрометрії, рентгеноструктурного аналізу та визначати на їх основі будову хімічних сполук, та таких, що використовуються у технологіях харчових добавок та косметичних засобів;

досвід:

- проведення хроматографування на тонкому шарі;

- виконання хроматографічного препаративного розділення методом колонкової хроматографії;
- практичного використання фізичних та фізико-хімічних (спектроскопічних, спектрофотометричних) методів для аналізу хімічних систем: підготовка та проведення експериментальної роботи з одержання та розшифрування спектрів відповідних речовин.
- інтерпретації спектрів ^1H , ^{13}C ЯМР: визначення хімічних зміщень, інтенсивності сигналів, констант спин-спінової взаємодії;
- використання комп'ютерних програм для розшифровки спектрів ^1H , ^{13}C , ^{19}F ЯМР;
- практичного використання фізичних та фізико-хімічних методів ІЧ-спектроскопії, спектроскопії комбінаційного розсіювання, мас-спектрометрії, хроматомасспектрометрії, рентгеноструктурного аналізу для аналізу будови хімічних систем.
- проведення експериментальної роботи з одержання та розшифрування спектрів хімічних речовин

2. Пререквізити та постреквізити дисципліни (місце в структурно-логічній схемі навчання за відповідною освітньою програмою)

Зазначається перелік дисциплін, або знань та умінь, володіння якими необхідні студенту (вимоги до рівня підготовки) для успішного засвоєння дисципліни (наприклад, «базовий рівень володіння англійською мовою не нижче А2»). Вказується перелік дисциплін які базуються на результатах навчання з даної дисципліни.

Аналітична хімія	Аналітичний сигнал. Волюмометричні методи аналізу. Відбір проби. Підготування проби до аналізу. Розрахунок наважки. Стандартизація розчинів.
Фізична хімія	Термодинаміка зворотних процесів. Кінетика перебігу хімічних реакції. Фотохімія. Закон Бугера- Ламберта-Бера. Ізотерми адсорбції.
Органічна хімія	Будова органічних сполук. Функціональні групи. Ізомерія. Теорія хімічного зв'язку. Кон'югація.

Дисципліни, які базуються на результатах навчання: дисципліни циклу професійної підготовки, в рамках яких передбачена обробка та аналіз спектрів ІЧ, УФ ЯМР спектроскопії, оцінка можливості застосування інструментальних методів хроматографії для якісного та кількісного визначення складу косметичних продуктів, застосування фізико-хімічних методів аналізу для визначення хімічної будови сполуки, що досліджується.

3. Зміст навчальної дисципліни

Надається перелік розділів і тем всієї **дисципліни**.

Тема 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).

Тема 2. 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. Способи якісного аналізу. Індeksi утримування Ковача. Способи кількісного визначення: нормування, внутрішнього стандарту, зовнішнього стандарту (абсолютного калібрування).

Тема 3. Вплив фізико-хімічних змінних хроматографічного процесу на аналітичні характеристики піку.

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.

Тема 4. Газорідинна хроматографія.

Принцип методу. Вимоги до визначуваних речовин. Газу-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), полуменевіо-іонізаційного (ПІД), 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.

Тема 5. Адсорбенти і носії для хроматографії.

Вимоги до адсорбентів та носіїв, які використовуються у хроматографічному розділенні. Класифікація адсорбентів за полярністю, пористістю. Модифікування поверхні адсорбентів. Поняття про нормально-фазові (НФ) та обернено-фазові (ОФ) адсорбенти. Приклади прищеплених груп для НФ та ОФ хроматографії.

Тема 6. 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. Застосування у якісному та кількісному аналізі.

Тема 7. Високоєфективна рідинна хроматографія. Гель-хроматографія

Рідинна розподільна хроматографія. Фізико-хімічні основи методу. Рідкі нерухомі фази та вимоги до них. Застосування у якісному та кількісному аналізі. Класична та високоєфективна 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.

Тема 8. 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.

Тема 9. 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. 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.

Тема 10. Складові фізичних та фізико-хімічних методів аналізу та їх роль в ідентифікації органічних речовин

Основні види 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.

Тема 11. Закони поглинання випромінювання в оптичному та УФ діапазоні.

Природа видимого та УФ спектру. Енергетичні підрівні. 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.

Тема 12. Фотометричний аналіз.

«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. 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.

Тема 13 . Електронні переходи та їх ефекти. Люмінесценція

Типи та спектри електронних переходів (переходів валентних електронів). $\pi\text{-}\pi^*$, $n\text{-}\pi^*$, $n\text{-}\sigma^*$ та $\sigma\text{-}\sigma^*$ переходи. Люмінесценція. Флуоресценція та фосфоресценція. Класифікація видів люмінесценції. Довгохвильовий електронний перехід. Форма смуг поглинання та випромінювання. Діаграма Яблонського. Гаряча люмінесценція й люмінесценція з вищих електронних станів. Спектральні закономірності молекулярної люмінесценції. Частота 0 - 0 переходу. Контур спектральної лінії. Стоксів зсув, правило Стокса-Ломеля. Незалежність смуг люмінесценції від довжини хвилі збудження. Правило дзеркальної симетрії спектрів поглинання й люмінесценції Льовшина. Універсальне співвідношення між спектрами поглинання й люмінесценції Степанова. Квантовий та енергетичний вихід люмінесценції. Закон С. І. Вавілова, дія закону у стоксівський та антистоксівській частині спектру. Закони загасання люмінесценції. Поляризація люмінесценції та поляризаційні спектри поглинання та люмінесценції. Гасіння молекулярної люмінесценції, його види. Загальна характеристика якісного й кількісного люмінесцентного аналізу.

Тема 14. Атомно-абсорбційний елементний аналіз та атомно-емісійна спектроскопія

Принцип методів. Джерела світла. Атомізатори. 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 метало-комплексні 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.

Тема 15. Спектроскопія інфрачервоного діапазону спектру (ІЧ-спектроскопія).

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 ІЧ спектроскопії. Правила відбору, пов'язані з симетрією коливань. Зв'язок коливальних спектрів з будовою органічних речовин. Особливості ІЧ-спектроскопії

органічних та природних сполук 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.

Тема 16. Спектроскопія комбінаційного розсіювання (СКР)

Релеєвське розсіювання випромінювання, рівняння Релея і висновки з нього. Раманівське розсіювання випромінювання. Стоксова та антистоксова раманівська лінії. Спектри комбінаційного розсіювання, їх природа. Правило альтернативної заборони. Визначення функціональних груп по характеристичних частотах коливань їх фрагментів. Різновиди спектроскопії комбінаційного розсіювання. Коливальна спектроскопія (ІЧ-спектроскопія та спектроскопія КР) як метод дослідження хімічних сполук. Практична реалізація ІЧ-спектроскопії та спектроскопії комбінаційного розсіювання. Спектрофотометри. Матеріали для кювет, розчинники. Методика одержання спектрів твердих, рідких і газоподібних речовин.

Тема 17. Теоретичні основи методів ЯМР.

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-ґраткова і спін-спінова релаксація, час релаксації. Розподілення ядер між рівнями енергії в зовнішньому магнітному полі (розподіл Больцмана). Умови ядерного магнітного резонансу. Основне рівняння ЯМР. Поняття про рівняння Блоха, форма сигналу ЯМР.

Тема 18. Способи реєстрації сигналу ЯМР. Апаратурне оформлення методів

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.

Тема 19. Основні характеристики сигналів у спектрах ЯМР

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 зміщень. 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 (KCCB), 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.

Тема 20. Спектроскопія ЯМР на ядрах ^{13}C , ^{19}F , ^{31}P , ^{15}N , ^{14}N .

Методики зйомки спектрів на ядрах ^{13}C , особливості (в порівнянні зі спектрами на ядрах ^1H). Кореляційні таблиці хімічних зсувів, типові (характеристичні) значення хімічних зміщень 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 зміщень та властивості спектрів ЯМР на інших магнітних ядрах – ^{19}F , ^{31}P , ^{15}N , ^{14}N .

Тема 21. Динамічна ЯМР. Двовимірні спектри ЯМР

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, HMBSC, NOESY. 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.

Тема 22. 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. Технічне забезпечення мас-спектрометричного та хроматомас-спектрометричного аналізу, принципи вимірювань, використання способів іонізації для аналітичних задач

Тема 23. Рентгеноструктурний аналіз

Визначення рентгеноструктурного аналізу, його основні принципи та умови застосування. Теорія дифракції рентгенівських променів Лауе, теорія Брегів — Вульфа, як розвиток теорії Лауе. Основні методи рентгеноструктурного аналізу: Лауе, обертання монокристала та його різновиди, Дебая-Шерера-Хела (порошків або полікристалів), рентгеногоніометра і його різновиди. Рентгенівські камери та рентгенівські дифрактометри, їх конструкції та принципи дії. Особливості аналізу монокристалів, полікристалічних речовин та речовин у порошкоподібному стані, аморфних та склоподібних матеріалів, а також складних органічних сполук у рентгенівських камерах та рентгенівських дифрактометрах. Одержання рентгенівського випромінювання і його склад, гальмове та характеристичне рентгенівське випромінювання. Частоти характеристичного рентгенівського випромінювання, функція залежності частоти рентгенівського випромінювання від порядкового номера елемента анода (закон Мозлі); K,L,M-серії характеристичного рентгенівського випромінювання. Види та конструкції джерел рентгенівського випромінювання, реєстрація дифракції рентгенівського випромінювання.

Тема 24. Рентгенофлуоресцентний аналіз

Основні фізико-хімічні принципи рентгенофлуоресцентного аналізу, визначення елементного складу сполук, апаратура рентгенофлуоресцентного аналізу, межі застосування методу.

Тема 25. Рентгенівська фотоелектронна спектроскопія

Базові принципи рентгенівської фотоелектронної спектроскопії. Рентгенівська фотоелектронна емісія, її відображення у спектрах. Основні прийоми та організація аналітичних досліджень у рентгенівській фотоелектронній спектроскопії. Кількісний аналіз даних, моделі вільного іону, потенціалу основного стану, модель з релаксованим потенціалом. Оже-спектри.

Тема 26. Термічний та термогравіметричний аналіз, дериватографія

Фізико-хімічні основи термічного, термогравіметричного та дериватографічного аналізу. Області застосування. Представлення та первинна обробка даних. Апаратура та техніка виконання аналізу речовин.

4. Навчальні матеріали та ресурси

Зазначається: базова (підручники, навчальні посібники) та додаткова (монографії, статті, документи, електронні ресурси) література, яку потрібно прочитати або використовувати для опанування дисципліни.

Можна надати рекомендації та роз'яснення:

- де можна знайти зазначені матеріали (бібліотека, методичний кабінет, інтернет тощо);*
- що з цього є обов'язковим для прочитання, а що факультативним;*
- як саме студент/аспірант має використовувати ці матеріали (читати повністю, ознайомитись тощо);*
- зв'язок цих ресурсів з конкретними темами дисципліни.*

Бажано зазначати не більше п'яти базових джерел, які є вільно доступними, та не більше 20 додаткових.

Навчальні матеріали, зазначені нижче, доступні у бібліотеці університету та у мережі Інтернет. Обов'язковою до вивчення є базова література, інші матеріали – факультативні. Розділи та теми, з якими студент має ознайомитись самостійно, викладач зазначає на лекційних та практичних заняттях.

Базова

- 1. Айвазов Б.В. Введение в хроматографию. Москва: Высшая школа, 1979.*
- 2. Лисенко О.М., Набиванець Б.Й. Вступ до хроматографічного аналізу. Київ: Корвін-прес, 2005.*
- 3. 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.*
- 4. Р. Сильверстейн, Г. Басслер, Т. Моррил. Спектрометрическая идентификация органических соединений. М.: Мир, 1977.*
- 5. Свердлова О.В. Электронные спектры в органической химии. Л. 1985, 248 с.*

Допоміжна література

1. Волошина Т.В., Кавецкая И.В. Люминесцентный анализ вещества. Пособие для студ. – Воронежский гос.унив., Воронеж, 2004. 34 с.
2. Набиванец Б.И, Мазуренко Е.А. Хроматографический анализ. Киев: Вища школа, 1979.
3. Петерс Д.Хайес, 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.
4. 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.
5. Бенуэлл К. Основы молекулярной спектроскопии. М. 1985, 379 с.
6. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2 : Физико-химические методы анализа. М.: Дрофа, 2005. – 383 с.
7. Васильев В.П. Аналитическая химия. Сборник вопросов, упражнений и задач. М.: Дрофа, 2003. – 320 с.
8. Рудаков О.Б., Востров И.А., Федоров С.В. Спутник хроматографиста. Методы жидкостной хроматографии. Воронеж: Водолей, 2004, 528 с.
9. Харитонов Ю.А. Аналитическая химия (аналитика).Кн.2. Количественный анализ.Физико-химические (инструментальные) методы анализа. -Учебник для вузов. – М.: Высш.шк., 2003. 552 с.
10. Булатов М.И., Калинин И. П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. 5-е изд. Л.: Химия, 1986, 432 с.;
11. Беликов В. Г. Дифференциальная фотометрия. Ставрополь: Ставропольское кн. изд-во, 1970. 136 с.
12. В.Прайс. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия. Пер.с англ. Мосичева В.И., под ред. Львова Б.В.- М., Мир. 1976. 355 с.
13. Брицке М.Э. Атомно-абсорбционный спектрохимический анализ. // М. Химия. 1982. 223 с.
14. Д. Браун, Ф. Флорд, М. Сейнзбери. Спектроскопия органических веществ. М.: Мир, 1992.
15. Вилков Л.В., Пентин Ю.А. Физические методы исследования в химии. Резонансные и электрооптические методы. –М.:Высш. школа, 1989. 288 с.

Інформаційні ресурси

16. Дистанційний курс Google G Suite for Education. Режим доступу: Google Classroom (Google G Suite for Education, домен LLL.kpi.ua, платформа Sikorsky-distance); код курсу 4byouhf.

Навчальний контент

5. Методика опанування навчальної дисципліни (освітнього компонента)

Лекційні заняття

Вичитування лекцій з дисципліни проводиться паралельно з виконанням студентами робіт комп'ютерного практикуму, лабораторних робіт та розглядом ними питань, що виносяться на самостійну роботу. При читанні лекцій застосовуються засоби для відеоконференцій (Google Meet, Zoom тощо) та ілюстративний матеріал у вигляді презентацій, які розміщені на платформі Sikorsky-distance [16]. Після кожної лекції рекомендується ознайомитись з матеріалами, рекомендованими для самостійного вивчення, а перед наступною лекцією – повторити матеріал попередньої.

№	Дата	Опис заняття
---	------	--------------

1	1 - 5 вересня 2021 р.	<p>Тема 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).</p>
2	7 – 12 вересня 2021 р.	<p>Лекція 1. Тема 2. 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. Способи якісного аналізу. Індокси утримування Ковача. Способи кількісного визначення: нормування, внутрішнього стандарту, зовнішнього стандарту (абсолютного калібрування).</p>
3	13 - 19 вересня 2021 р.	<p>Лекція 1. Тема 3. Вплив фізико-хімічних змінних хроматографічного процесу на аналітичні характеристики піку. 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 (BETT), 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-Деемтера, 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.</p>

		<p>Лекція 2. Тема 4. Газорідинна хроматографія. Принцип методу. Вимоги до визначуваних речовин. Газу-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 (ПІД), 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.</p>
4	20 - 26 вересня 2021 р.	<p>Тема 5. Адсорбенти і носії для хроматографії. Вимоги до адсорбентів та носіїв, які використовуються у хроматографічному розділенні. Класифікація адсорбентів за полярністю, пористістю. Модифікування поверхні адсорбентів. Поняття про нормально-фазові (НФ) та обернено-фазові (ОФ) адсорбенти. Приклади прищеплених груп для НФ та ОФ хроматографії..</p>
5	27 вересня - 3 жовтня 2021 р.	<p>Лекція 1. Тема 6. 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. Застосування у якісному та кількісному аналізі.</p> <p>Лекція 2. Тема 7. Високоєфективна рідинна хроматографія. Гель-хроматографія. Рідинна розподільна хроматографія. Фізико-хімічні основи методу. Рідкі нерухомі фази та вимоги до них. Застосування у якісному та кількісному аналізі. Класична та високоєфективна 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.</p>
6	4 - 10 жовтня 2021 р.	<p>Тема 8. 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.</p>
7	11- 17 жовтня 2021 р.	<p>Лекція 1. Тема 9. 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</p>

		<p>іонообмінні сорбенти, їх фізичні та хімічні властивості, сорбційна ємність. 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.</p> <p>Лекція 2. Тема 10. Складові фізичних та фізико-хімічних методів аналізу та їх роль в ідентифікації органічних речовин. Основні види 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.</p>
8	18 – 24 жовтня 2021 р.	<p>Тема 11. Закони поглинання випромінювання в оптичному та УФ діапазоні. Природа видимого та УФ спектру. Енергетичні підрівні. 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.</p>
9	25 жовтня – 31 жовтня 2021 р.	<p>Лекція 1. Тема 12. Фотометричний аналіз. «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. 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.</p> <p>Лекція 2. Тема 13. Електронні переходи та їх ефекти. Люмінесценція. Типи та спектри електронних переходів (переходів валентних електронів). π-π^*, n-π^*, n-σ^* та $\sigma \rightarrow \sigma^*$ переходи. Люмінесценція. Флуоресценція та фосфоресценція. Класифікація видів люмінесценції. Довгохвильовий електронний перехід. Форма смуг поглинання та випромінювання. Діаграма Яблонського. Гаряча люмінесценція й люмінесценція з вищих електронних станів.</p>

		Спектральні закономірності молекулярної люмінесценції. Частота 0 - 0 переходу. Контур спектральної лінії. Стоксів зсув, правило Стокса-Ломеля. Незалежність смуг люмінесценції від довжини хвилі збудження.
10	1 - 7 листопада 2021 р.	Продовження теми 13. Правило дзеркальної симетрії спектрів поглинання й люмінесценції Льовшина. Універсальне співвідношення між спектрами поглинання й люмінесценції Степанова. Квантовий та енергетичний вихід люмінесценції. Закон С. І. Вавілова, дія закону у стоксівський та антистоксівській частині спектру. Закони загасання люмінесценції. Поляризація люмінесценції та поляризаційні спектри поглинання та люмінесценції. Гасіння молекулярної люмінесценції, його види. Загальна характеристика якісного й кількісного люмінесцентного аналізу.
11	8 - 14 листопада 2021 р.	Лекція 1. Тема 14 Атомно-абсорбційний елементний аналіз та атомно-емісійна спектроскопія. Принцип методів. Джерела світла. Атомізатори. 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 метало-комплексні 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. Лекція 2. Тема 15. Спектроскопія інфрачервоного діапазону спектру (ІЧ-спектроскопія). 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.
12	15- 21 листопада 2021 р.	Продовження теми 15. 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 ІЧ спектроскопії. Правила відбору, пов'язані з симетрією коливань. Зв'язок коливальних спектрів з будовою органічних речовин. Особливості ІЧ-спектроскопії органічних та природних сполук 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.
13	22 - 28 листопада 2020 р.	Тема 16. Спектроскопія комбінаційного розсіювання (СКР). Релеєвське розсіювання випромінювання, рівняння Релея і висновки з нього. Раманівське розсіювання випромінювання. Стоксова та антистоксова раманівська лінії. Спектри комбінаційного розсіювання, їх природа. Правило альтернативної заборони.

		<p><i>Визначення функціональних груп по характеристичних частотах коливань їх фрагментів. Різновиди спектроскопії комбінаційного розсіювання. Коливальна спектроскопія (ІЧ-спектроскопія та спектроскопія КР) як метод дослідження хімічних сполук. Практична реалізація ІЧ-спектроскопії та спектроскопії комбінаційного розсіювання. Спектрофотометри. Матеріали для кювет, розчинники. Методика одержання спектрів твердих, рідких і газоподібних речовин.</i></p> <p><i>Тема 17. Теоретичні основи методів ЯМР. 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-ґраткова і спін-спінова релаксація, час релаксації. Розподілення ядер між рівнями енергії в зовнішньому магнітному полі (розподіл Больцмана). Умови ядерного магнітного резонансу. Основне рівняння ЯМР. Поняття про рівняння Блоха, форма сигналу ЯМР.</i></p>
14	29 листопада – 5 грудня 2021 р.	<p><i>Лекція 1. Тема 18. Способи реєстрації сигналу ЯМР. Апаратурне оформлення методів. 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.</i></p>
15	6 – 12 грудня 2021 р.	<p><i>Лекція 1. Тема 19. Основні характеристики сигналів у спектрах ЯМР. Хімічне зміщення сигналу ЯМР, константа екранування ядер, діаманітний 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 змищень. 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</i></p>

		<p>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.</p> <p>Лекція 2. Тема 20. Спектроскопія ЯМР на ядрах 13C, 19F, 31P, 15N, 14N. Методики зйомки спектрів на ядрах 13C, особливості (в порівнянні зі спектрами на ядрах 1H). Кореляційні таблиці хімічних зсувів, типові (характеристичні) значення хімічних зміщень для спектроскопії на ядрах 13C. Подвійний резонанс, практичне використання в ЯМР. Явище насичення в ЯМР, практичне застосування. Ефект Оверхаузера, практичне застосування. Поняття про шкали хімічних зміщень та властивості спектрів ЯМР на інших магнітних ядрах – 19F, 31P, 15N, 14N.</p>
16	13 – 19 грудня 2021 р.	<p>Тема 21. Динамічна ЯМР. Двовимірні спектри ЯМР. 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, HMBSC, NOESY. 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.</p>
17	20- 26 грудня 2020 р.	<p>Лекція 1. Тема 22. 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. Технічне забезпечення мас-спектрометричного та хроматомас-спектрометричного аналізу, принципи вимірювань, використання способів іонізації для аналітичних задач.</p> <p>Лекція 2. Тема 23. Рентгеноструктурний аналіз. Визначення рентгеноструктурного аналізу, його основні принципи та умови застосування. Теорія дифракції рентгенівських променів Лауе, теорія Брегів — Вульфа, як розвиток теорії Лауе. Основні методи рентгеноструктурного аналізу: Лауе, обертання монокристала та його різновиди, Дебая-Шерера-Хела (порошків або полікристалів), рентгеногоніометра і його різновиди. Рентгенівські камери та рентгенівські дифрактометри, їх конструкції та принципи дії. Особливості аналізу монокристалів, полікристалічних речовин та речовин у порошкоподібному стані, аморфних та склоподібних матеріалів, а також складних органічних сполук у рентгенівських</p>

		камерах та рентгенівських дифрактометрах. Одержання рентгенівського випромінювання і його склад, гальмове та характеристичне рентгенівське випромінювання. Частоти характеристичного рентгенівського випромінювання, функція залежності частоти рентгенівського випромінювання від порядкового номера елемента анода (закон Мозлі); K,L,M-серії характеристичного рентгенівського випромінювання. Види та конструкції джерел рентгенівського випромінювання, реєстрація дифракції рентгенівського випромінювання. Одержання рентгенівського випромінювання і його склад, гальмове та характеристичне рентгенівське випромінювання. Частоти характеристичного рентгенівського випромінювання, функція залежності частоти рентгенівського випромінювання від порядкового номера елемента анода (закон Мозлі); K,L,M-серії характеристичного рентгенівського випромінювання. Види та конструкції джерел рентгенівського випромінювання, реєстрація дифракції рентгенівського випромінювання.
18	27 грудня 2020 р. – 2 січня 2020 р.	<p>Тема 24. Рентгенофлуоресцентний аналіз. Основні фізико-хімічні принципи рентгенофлуоресцентного аналізу, визначення елементного складу сполук, апаратура рентгенофлуоресцентного аналізу, межі застосування методу.</p> <p>Тема 25. Рентгенівська фотоелектронна спектроскопія. Базові принципи рентгенівської фотоелектронної спектроскопії. Рентгенівська фотоелектронна емісія, її відображення у спектрах. Основні прийоми та організація аналітичних досліджень у рентгенівській фотоелектронній спектроскопії. Кількісний аналіз даних, моделі вільного іону, потенціалу основного стану, модель з релаксованим потенціалом. Оже-спектри.</p> <p>Тема 26. Термічний та термогравіметричний аналіз, дериватографія. Фізико-хімічні основи термічного, термогравіметричного та дериватографічного аналізу. Області застосування. Представлення та первинна обробка даних. Апаратура та техніка виконання аналізу речовин.</p>

Практичні заняття.

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. Основними цілями практичних занять є оволодіння навиками проводити інтерпретацію даних $1H$, $13C$ ЯМР-спектроскопії, I^4 -спектроскопії, спектроскопії комбінаційного розсіювання, мас-спектрометрії, хроматомаспектрометрії, рентгеноструктурного аналізу характеристики і робити на їх підставі висновки про хімічний склад і будову сполук.

Тиждень	Тема	Опис запланованої роботи
1	Основи хроматографічного	Відповідно до отриманого індивідуального завдання виконати розшифровку вихідних даних з HPLC та GC

	аналізу. Теорія хроматографічного аналізу.	хроматографу. Визначити різницю між хроматограммами в залежності від типу детектору. Обчислити вміст основної речовини та її молекулярну масу. Продемонструвати розрахунки викладачу.
2		Захист роботи
3	Газова та рідинна хроматографія	Відповідно до отриманого індивідуального завдання, вибрати/ запропонувати метод хроматографічного аналізу сполуки методами HPLC або GC. Пояснити вибір нерухомої фази, рухомої фази, градієнт, швидкість потоку, детектору. Продемонструвати розрахунки викладачу.
4		Захист роботи
5	Тонкошарова та колонкова хроматографія	Відповідно до отриманого індивідуального завдання, вибрати/ запропонувати метод хроматографічного розділення сполуки методами тонкошарової або колонкової хроматографії. Пояснити вибір адсорбенту, елюенту, методу детекції. Продемонструвати розрахунки викладачу.
6		Захист роботи
7	Фотометричний аналіз	Відповідно до отриманого індивідуального завдання, описати та розшифрувати УФ спектр сполуки. Позначити максимум поглинання. Обрахувати коефіцієнт екстинкції. Продемонструвати розрахунки викладачу. Продемонструвати розрахунки викладачу.
8		Захист роботи
9	ІЧ та Раманівська спектроскопія	Розшифрувати отриманий від викладача ІЧ спектр, позначити основні функціональні групи, визначити засіб реєстрації спектру. Продемонструвати результат викладачу.
10		Захист роботи
11	Написання модульної контрольної роботи	
12	Спектроскопія ядерного магнітного резонансу (ЯМР)	Відповідно до отриманого індивідуального завдання отримати з спаду вільної індукції (FID) спектр ЯМР. Позначити магнітні зсуви піків, проінтегрувати площу для піків. Запропонувати структурну формулу сполуки. Продемонструвати розрахунки викладачу.
13		Захист роботи
14	Захист розрахункової роботи	
15	Спектроскопія ядерного магнітного резонансу (ЯМР) на ядрі ¹³ C	Відповідно до отриманого індивідуального завдання отримати з спаду вільної індукції (FID) спектр ЯМР ¹³ C. Позначити магнітні зсуви піків ¹³ C, проінтегрувати площу для піків. Запропонувати структурну формулу сполуки. Продемонструвати розрахунки викладачу.
16		Захист роботи

17	<i>Написання модульної контрольної роботи</i>	
18	<i>Підсумкове заняття</i>	<i>До відома студентів доводиться кількість балів, яку вони набрали протягом семестру. Студенти, які були не допущеними до семестрової атестації з кредитного модуля, мають усунути причини, що призвели до цього.</i>

Лабораторні заняття

Лабораторні роботи дисципліни мають на меті отримання студентами практичних навичок з методики підготовки зразків для спектральних досліджень, вивчення принципи роботи ЯМР, УФ, ІЧ спектрометрів, опанувати хроматографічні методи розділення сполук.

<i>Тиждень</i>	<i>Тема</i>	<i>Опис запланованої роботи</i>
1-2	<i>Основи хроматографічного аналізу. Теорія хроматографічного аналізу.</i>	<i>Розділення суміші речовин за допомогою тонкошарової хроматографії</i>
3-4	<i>Тонкошарова та колонкова хроматографія</i>	<i>Розділення суміші речовин за допомогою колонкової хроматографії. Захист роботи «Розділення суміші речовин за допомогою тонкошарової хроматографії»</i>
5-6	<i>Фотометричний аналіз</i>	<i>Фотоколориметричне визначення концентрації розчину органічної речовини (метиленового блакитного) у однопроменевому та двопробеновому фотоколориметрах. Захист роботи «Розділення суміші речовин за допомогою колонкової хроматографії»</i>
7-8	<i>Фотометричний аналіз</i>	<i>Визначення вмісту фурациліну методом стандартної добавки на фотоелектроколориметрі СФ-56. Захист роботи «Фотоколориметричне визначення концентрації розчину органічної речовини (метиленового блакитного) у однопроменевому та двопробеновому фотоколориметрах»</i>
9-10	<i>УФ та люмінесцентна спектроскопія</i>	<i>Ідентифікація речовин за одержаними їх люмінесцентними та УФ-спектрами. Захист роботи «Визначення вмісту фурациліну методом стандартної добавки на фотоелектроколориметрі СФ-56»</i>
11-12	<i>ІЧ спектроскопія</i>	<i>Метод ідентифікації органічних речовин (вуглеводів цукру та крохмалю). Захист роботи «Ідентифікація речовин за одержаними їх люмінесцентними та УФ-спектрами»</i>
13-14	<i>ІЧ спектроскопія</i>	<i>Метод ідентифікації органічних речовин (білку альбуміну та суміші крохмалю та альбуміну). Захист роботи «Метод ідентифікації органічних речовин (вуглеводів цукру та крохмалю)»</i>

15 - 16	Спектроскопія ядерного магнітного резонансу (ЯМР)	Інтерпретація спектрів ЯМР 1H з використанням програми ADVASP. захист роботи «Метод ідентифікації органічних речовин (вуглеводів цукру та крохмалю)» та «Інтерпретація спектрів ЯМР 1H з використанням програми ADVASP»
17 -18	Підсумкове заняття	До відома студентів доводиться кількість балів, яку вони набрали протягом семестру. Студенти, які не захистили всі лабораторні роботи, мають усунути причини, що призвели до цього.

6. Самостійна робота студента

Самостійна робота студента (СРС) протягом семестру включає повторення лекційного матеріалу, оформлення звітів з лабораторних занять, виконання розрахункової роботи, підготовка до захисту практичних та лабораторних завдань та розрахункової роботи, підготовка до екзамену. Рекомендована кількість годин, яка відводиться на підготовку до зазначених видів робіт:

Вид СРС	Кількість годин на підготовку
Підготовка до аудиторних занять: повторення лекційного матеріалу, складання попередніх варіантів програм для проведення розрахунків на заняттях, оформлення звітів з комп'ютерних практикумів	4 години на тиждень
Виконання домашньої контрольної роботи	5 годин
Підготовка до МКР (повторення матеріалу)	19 години
Підготовка до екзамену	30 годин

Політика та контроль

7. Політика навчальної дисципліни (освітнього компонента)

У звичайному режимі роботи університету лекції та практичні/лабораторні заняття проводяться в навчальних аудиторіях. У змішаному режимі лекційні та практичні заняття проводяться через платформу дистанційного навчання Сікорський, лабораторні заняття – у комп'ютерних класах. У дистанційному режимі всі заняття проводяться через платформу дистанційного навчання Сікорський. Відвідування лекцій та практичних/лабораторних занять є обов'язковим.

На початку кожної лекції проводиться опитування за матеріалами попередньої лекції із застосуванням інтерактивних засобів (Google Forms, menti.com, Kahoot тощо). Перед початком чергової теми лектор може надсилати питання із застосуванням інтерактивних засобів з метою визначення рівня обізнаності здобувачів за даною темою та підвищення зацікавленості.

Правила захисту практичних/лабораторних занять та розрахункової роботи:

1. До захисту допускаються студенти, які правильно виконали розрахунки (при неправильно виконаних розрахунках їх слід усунути).
2. Захист відбувається за графіком, зазначеним у п.5 за індивідуальними завданнями.

3. Після перевірки завдання викладачем на захист виставляється загальна оцінка і робота вважається захищеною.
4. Несвоєчасні захист і виконання роботи без поважної причини штрафуються відповідно до правил призначення заохочувальних та штрафних балів.

Правила призначення заохочувальних та штрафних балів:

1. Несвоєчасне виконання лабораторної/практичної роботи без поважної причини штрафуються 1 балом;
2. Несвоєчасний захист лабораторної/практичної роботи без поважної причини штрафуються 1 балом;
3. За кожний тиждень запізнення з поданням розрахункової роботи на перевірку нараховується 1 штрафний бал (але не більше 5 балів).
4. За модернізацію робіт нараховується від 1 до 6 заохочувальних балів;
5. За виконання завдань із удосконалення дидактичних матеріалів з дисципліни нараховується від 1 до 6 заохочувальних балів;
6. За активну роботу на лекції нараховується до 0,5 заохочувальних балів (але не більше 10 балів на семестр).

Політика дедлайнів та перескладань: визначається п. 8 Положення про поточний, календарний та семестровий контроль результатів навчання в КПІ ім. Ігоря Сікорського

Політика щодо академічної доброчесності: визначається політикою академічної чесності та іншими положеннями Кодексу честі університету.

8. Види контролю та рейтингова система оцінювання результатів навчання (PCO)

Види контролю встановлюються відповідно до Положення про поточний, календарний та семестровий контроль результатів навчання в КПІ ім. Ігоря Сікорського:

1. Поточний контроль: опитування на практичних/лабораторних заняттях, МКР, захист РР.
2. Календарний контроль: проводиться двічі на семестр як моніторинг поточного стану виконання вимог силабусу.
3. Семестровий контроль: письмовий екзамен.

Рейтингова система оцінювання результатів навчання

1. Рейтинг студента з кредитного модуля розраховується виходячи із 100-бальної шкали, з них 60 бали складає стартова шкала. Стартовий рейтинг (протягом семестру) складається з балів, що студент отримує за:

- роботу з лабораторного практикуму (8 тем занять);
- написання модульної контрольної роботи (МКР);
- виконання домашньої контрольної роботи (ДКР).

2. Критерії нарахування балів:

1. Лабораторні роботи

Ваговий бал кожної – 3. Максимальна кількість балів за всі лабораторні роботи дорівнює: $8 \text{ балів} \times 3 = 24 \text{ балів}$.

Ваговий бал лабораторних робіт складається із:

- самостійної підготовки до роботи (опанування теорією, написання протоколу) – 1 бал;

- виконання лабораторної роботи – 1 бали;
- своєчасний захист роботи (впродовж лабораторного заняття) – 1 бали.

У разі відсутності протоколу 1 бал не нараховується і студент взагалі може бути недопущеним до виконання лабораторного практикуму, якщо він не засвоїв теоретичні відомості та не знає методики виконання роботи. В цьому випадку 1 бал може бути знятий (дивіться далі штрафні та заохочувальні бали). Несвоєчасний захист лабораторної роботи оцінюється в 1 бал.

2. Модульний контроль

Ваговий бал за МКР – 30. Максимальна кількість балів за три контрольні роботи дорівнює: (3 бали x 5 запитань) * 2 = 30 балів.

3. Домашня контрольна робота (ДКР)

Ваговий бал – 6 балів.

3. Умовою отримання позитивної оцінки з календарного контролю є виконання всіх запланованих на цей час робіт (на час календарного контролю). На **першому календарному контролі** (8-й тиждень) студент отримує «зараховано», якщо його поточний рейтинг не менше $0,5 \cdot 21^2 = 10$ балів. На **другому календарному контролі** (14-й тиждень) студент отримує «зараховано», якщо його поточний рейтинг не менше $0,5 \cdot 42^2 = 21$ балу і зарахована домашня контрольна робота.

4. На **екзамені** студенти виконують письмову контрольну роботу. Кожне завдання містить два теоретичних запитання (завдання) і одне практичне. Кожне запитання (завдання) оцінюється за такими критеріями:

Кожне теоретичне питання оцінюється у 13 балів, а практичне – 14 балів ().

Система оцінювання теоретичних питань:

- «відмінно», повна відповідь (не менше 90% потрібної інформації) – 13–11,7 балів;
- «добре», достатньо повна відповідь (не менше 75% потрібної інформації, або незначні неточності) – 11,6 – 9,8 балів;
- «задовільно», неповна відповідь (не менше 60% потрібної інформації та деякі помилки) – 9,7– 7,8 балів;
- «незадовільно», незадовільна відповідь – 0 балів.

Система оцінювання практичного запитання:

- «відмінно», повне безпомилкове розв'язування завдання – 14–12,6 балів;
- «добре», повне розв'язування завдання з несуттєвими неточностями – 12,5 –10,3 балів;
- «задовільно», завдання виконане з певними недоліками – 10,2–8,8 балів;
- «незадовільно», завдання не виконано – 0 балів.

Максимальна сума балів, яку студент може набрати протягом семестру, складає 60 балів:

$$RC = r_{пр} + r_{мкр} + r_{дкр} = 24 + 30 + 6 = 60 \text{ балів}$$

Умовою допуску до екзамену є зарахування всіх лабораторних робіт, написання МКР, виконання та захист домашньої контрольної роботи та кількість рейтингових балів не менше 30.

Таблиця відповідності рейтингових балів оцінкам за університетською шкалою:

Кількість балів	Оцінка
100-95	Відмінно

² Максимальна кількість балів, яку може набрати студент протягом 8 тижнів.

³ Максимальна кількість балів, яку може набрати студент протягом 14 тижнів.

94-85	Дуже добре
84-75	Добре
74-65	Задовільно
64-60	Достатньо
Менше 60	Незадовільно
Не виконані умови допуску	Не допущено

9. Додаткова інформація з дисципліни (освітнього компонента)

- *Вимоги до оформлення розрахункової роботи, перелік запитань до МКР та екзамену наведені у Google Classroom «Методи розділення та ідентифікації сполук» (платформа Sikorsky-distance).*

Робочу програму навчальної дисципліни (силабус):

Складено: професором кафедри фізичної хімії, д.т.н. Прокопенком В. А.,
ст. викладачем кафедри фізичної хімії, к.х.н. Компанцем М. О.

Погоджено Методичною комісією факультету (протокол № 10 від 23.06.2021 р.)

Ухвалено кафедрою фізичної хімії (протокол № 13 від 30.06.2021)