



[FRV4] СУЧАСНІ МЕТОДИ РОЗДІЛЕННЯ ТА ІДЕНТИФІКАЦІЇ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК



Робоча програма навчальної дисципліни (Силабус)

Реквізити навчальної дисципліни

Рівень вищої освіти	Перший (бакалаврський)
Галузь знань	16 - Хімічна інженерія та біоінженерія
Спеціальність	161 - Хімічні технології та інженерія
Освітня програма	Всі ОП
Статус дисципліни	Вибіркова (Ф-каталог)
Форма здобуття вищої освіти	Очна
Рік підготовки, семестр	Доступно для вибору починаючи з 3-го курсу, осінній семестр
Обсяг дисципліни	4 кред. (Лекц. 36 год, Практик. 18 год, Лаб. 18 год, СРС. год)
Семестровий контроль/контрольні заходи	Залік
Розклад занять	https://rozklad.kpi.ua
Мова викладання	Українська
Інформація про керівника курсу / викладачів	Лекц.: Воробйова В. І. , Практ.: Воробйова В. І. , Лаб.: Воробйова В. І. ,
Розміщення курсу	

Програма навчальної дисципліни

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

Сучасні методи розділення та ідентифікації органічних сполук знаходять є основою для визначення шляхів вирішення завдань хімічної технології загалом, та технології виробництва косметичних засобів та комбінаційних сумішей харчових добавок, зокрема. Вибір коректного методу ідентифікації та очистки, як вихідної сполуки, так і компонентів фінального продукту визначає відповідність отриманого продукту 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.

Предмет дисципліни: Сучасні методи розділення та ідентифікації органічних сполук, що застосовуються для дослідження структури та чистоти вихідних сполук та продуктів, що можуть бути отримані 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;
- розшифровувати та аналізувати спектри
- 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 методи ідентифікації хроматомаспектрометрію та інші для визначення складу та будови органічних і неорганічних сполук;
- розшифровувати та аналізувати спектри (ЯМР 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;
- основних теоретичних принципів та практичних основ методів ядерного магнітного резонансу ;
- теоретичних основ фізичних та фізико-хімічних методів ідентифікації та встановлення кількісного складу, зокрема, хроматомаспектрометрії,

уміння:

- визначати параметри хроматографічної колонки для ефективного розділення сумішей;
- визначати основні параметри хроматограми: об'єм, час, відстань утримування;
- виконувати інтерпретацію хроматографічних 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 хроматомаспектрометрії 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 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, хроматомаспектрометрії, рентгеноструктурного аналізу для аналізу будови хімічних систем.
- проведення експериментальної роботи з одержання та розшифрування спектрів хімічних речовин

Після засвоєння освітньої компоненти студенти мають продемонструвати такі результати навчання:

PR07 Обирати і використовувати відповідне обладнання, інструменти та методи для вирішення складних задач хімічної інженерії, контролю та керування технологічних процесів хімічних виробництв

PR14 Знання та застосування методів хімічного аналізу (якісного та кількісного) харчових добавок та косметичних засобів

...

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

..

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 реакцій. Фотохімія. Закон Бугера-Ламберта-Бера. Ізотерми адсорбції.
Органічна хімія	Будова органічних сполук. Функціональні групи. Ізомерія. Теорія хімічного зв'язку. Кон'югація.
Токсикологічна хімія	Уміти проводити методами хроматографічного розділення систем для визначення токсикологічних параметрів сполук проведення аналітичної діагностики токсикологічних речовин в харчових продуктах та косметичних засобах;
Наукова робота за темою магістерської дисертації. Частина 2. Науково-дослідна робота за темою магістерської дисертації	Уміти використати та застосувати набуті знання із сучасних напрямків створення органічних матеріалів при визначенні мети та постановці наукового експерименту для вирішення поставленої в магістерській дисертації наукової задачі

.

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

(елювання, 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. Індекси 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-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.

Тема 4. Газорідинна хроматографія.

Принцип методу. Вимоги до визначуваних речовин. Гази-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. 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 12. 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 13. 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 KCCB 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 14. 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 15. 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 16. 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

...

4. Навчальні матеріали та ресурси

...

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. Лисенко О.М., Набиванець Б.Й. Вступ до хроматографічного аналізу. Київ: Корвін-прес, 2005.
2. Advances in chromatography. Vol. 46. — cop. 2008. — 480, [5] с., [2] л. ил. : ил., табл. — ISBN 1-4200-6025-2

Допоміжна література

1. Набиванець Б.И., Мазуренко Е.А. Хроматографический анализ. Киев: Вища школа, 1979.
2. Масс-спектрометрия органических соединений в начале XXI века / А. Т. Лебедев [и др.] // Журн. аналит. химии. - 2008. - Т. 63, № 12. - С. 1236-1264.
3. Modern mass spectrometry / volume ed.: Schalley Christoph A.; with contributors by Armentrout P.B. [et al.]. — Berlin [etc.] : Springer, cop. 2003. — IX, 317 с. : ил., табл. — (Topics in current chemistry, ISSN 0340-1022; 225). — Библиогр. в конце ст. Указ.: Auth. ind. vol. 201-225, Subject ind.: с. 303-317. — ISBN 3-540-00098-4.

Інформаційні ресурси

1. Дистанційний курс Google G SuiteforEducation. Режим доступу: GoogleClassroom (Google G SuiteforEducation, домен LLL.kpi.ua, платформа Sikorsky-distance); код курсу 4byouhf.

Навчальний контент

5. Методика опанування навчальної дисципліни (освітнього компонента)

..

№	Опис заняття
1	Лекція 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).
2	Лекція 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. Індекси утримування Ковача. Способи кількісного визначення: нормування, внутрішнього стандарту, зовнішнього стандарту (абсолютного калібрування).

3	<p>Лекція 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-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>
4	<p>Лекція 4. Газорідинна 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 (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>
5	<p>Лекція 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>
6	<p>Лекція 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>
7	<p>Лекція 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>
8	<p>Лекція 8. Площинна (планарна) хроматографія. Принцип розділення речовин у площинній хроматографії. Техніка проведення аналізу. Якісні характеристики площинної хроматографії: коефіцієнт рухомості (Rf), критерій розділення. (Rs). 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>
9	<p>Лекція 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 – СОЕ, динамічна обмінна ємність до проскоку – ДОЕ, та повна динамічна обмінна ємність – ПДОЕ) властивості іонообмінних сорбентів та методи їх визначення.</p>

10	Лекція 10. 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.
11	Лекція 11. 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 зміщень. Залежність хімічного зсуву від будови речовин (на прикладі ^1H -ЯМР та ^{13}C -ЯМР).
12	Лекція 12. 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 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.
13	Лекція 13. 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 .
14	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, HMBC, NOESY. Способи зображення двовимірних спектрів. Двовимірна J-спектроскопія – кореляція хімічних зсувів з константами спінової взаємодії. Типи задач у хімії, що можуть бути розв'язані за допомогою двовимірних кореляційних спектрів.

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 , ^{13}C ЯМР-спектроскопії, ^{13}C -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 аналізу. Теорія хроматографічного аналізу.	Відповідно до отриманого індивідуального завдання виконати розшифровку вихідних даних з HPLC та GC хроматографу. Визначити різницю між хроматограмами 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	Спектроскопія ядерногомагнітного 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.
8		Захист роботи
9	Спектроскопія ядерногомагнітного 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.
10		Захист роботи
11	Написання модульної контрольної роботи	

Лабораторні заняття

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

Тиждень	Тема	Опис запланованої роботи
1-2	Основи хроматографічного аналізу. Теорія хроматографічного аналізу.	Розділення суміші речовин за допомогою тонкошарової хроматографії
5 -6	Тонкошарова та колонкова хроматографія	Розділення суміші речовин за допомогою колонкової хроматографії. Захист роботи «Розділення суміші речовин за допомогою тонкошарової хроматографії»
9 -10	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 годин
Підготовка до екзамену	30 годин

Політика та контроль

7. Політика навчальної дисципліни (освітнього компонента)

..За звичайного режиму роботи університету лекції, практичні заняття, лабораторні роботи і модульну контрольну роботу проводять у навчальних аудиторіях. За змішаного режиму очно проводять лише лабораторні роботи, інші види занять - дистанційно за використання платформи Сікорський. За дистанційного режиму всі заняття проводять за використання платформи дистанційного навчання Сікорський: відеоконференцій в середовищах Zoom або Google Meet та контрольних тестів в системі Moodle.

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 доброчесності та іншими положеннями Кодексу честі університету..

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

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 лабораторних робіт (ЛР).

Критерії нарахування балів:

1. Лабораторні роботи

Ваговий бал кожної – 4,5. Максимальна кількість балів за всі лабораторні роботи дорівнює: $4,5 \text{ балів} \times 5 = 22 \text{ балів}$.

Ваговий бал лабораторних робіт складається із:

- самостійної підготовки до роботи (опанування теорією, написання протоколу) – 1 бал;
- виконання лабораторної роботи – 2,5 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 – 20.

3. Практичні заняття

Ваговий бал за кожне практичне заняття – 3 бали.

Ваговий бал – 3. Максимальна кількість балів за практичні заняття дорівнює 3 балів × 9 = 18 балів. Оцінювання якості роботи студента на практичних проводимо за наступними критеріями:

«відмінно» - 3 балів. Студент обґрунтовано і вичерпно відповідає на всі теоретичні запитання викладача, без помилок вирішує задачі.

«добре» - 2,3 бали. Відповідь на теоретичні запитання неповна, незначні помилки в розрахунках

«задовільно» - 1,8 бал. Відповідь неповна, помилки в задачах

«незадовільно» - 0 балів. Відповідь незадовільна або відсутня

Розрахунок шкали (R) рейтингу:

Сума вагових балів контрольних заходів протягом семестру складає:

$$RC = 22+20+18= 60 \text{ балів.}$$

Календарну атестацію проводить викладач за значеннями поточного рейтингу студентів на час атестації (8 тиждень та 14 тиждень). Якщо значення цього рейтингу не менше 50 % від максимально можливого на час атестації, студент вважається атестованим. В іншому випадку в атестаційній відомості виставляється «незадовільно».

Необхідною умовою допуску до екзамену є здача всіх лабораторних робіт, а також стартовий рейтинг (RC) не менше 25 балів.

Екзаменаційна складова шкали дорівнює 40 % від RD, а саме $Re = 40$ балів

Екзамен являє собою виконання індивідуального варіанту тестових завдань, що складаються з 40 запитань. Ваговий бал за тестове запитання 1. Для задач потрібно обов'язково наводити розв'язок. Таким чином, $1 \text{ бал} \times 40 = 40$ балів.

Рейтингова шкала з дисципліни складає $RD = Rc + Re = 60+40 = 100$

Для отримання студентом відповідних оцінок (ECTS та традиційних) його рейтингова оцінка RD переводиться згідно з таблицею:

Таблиця відповідності рейтингових балів оцінкам за університетською шкалою

Кількість балів	Оцінка
100-95	Відмінно
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)

...

Опис матеріально-технічного та інформаційного забезпечення дисципліни

Силабус дисципліни, презентації лекцій, курс на платформі дистанційного навчання Сікорський

Робочу програму навчальної дисципліни (силабус):

Складено [Воробйова В. І.](#);

Ухвалено кафедрою ФХ (протокол № 9 від 25.05.2023)

Погоджено методичною комісією факультету/ННІ (протокол № 14 від 26.06.2023)