



Спектральна ідентифікація органічних сполук

Робоча програма навчальної дисципліни (Силабус)

Реквізити навчальної дисципліни

Рівень вищої освіти	Перший (бакалаврський)
Галузь знань	16 Хімічна та біоінженерія
Спеціальність	161 Хімічні технології та інженерія
Освітня програма	Хімічні технології органічних речовин
Статус дисципліни	Вибіркова (Ф-каталог)
Форма навчання	Очна
Рік підготовки, семестр	4 курс, весняний семестр
Обсяг дисципліни	4 кредити (лекції – 36 год., практичні заняття – 36 год.)
Семестровий контроль/ контрольні заходи	залік /усне опитування, самостійне розв'язання практичних задач, 3 модульні контрольні роботи
Розклад занять	https://rozklad.kpi.ua
Мова викладання	Українська
Інформація про керівника курсу / викладачів	Лектор: д.х.н., доцент Роженко Олександр Борисович, a_rozhenko@ukr.net ¹ Практичні заняття: д.х.н., доцент Роженко Олександр Борисович, a_rozhenko@ukr.net ²
Розміщення курсу	https://campus.kpi.ua/tutor/index.php?mode=mob&cm=33003&rcms=281300

Програма навчальної дисципліни

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

Невід'ємною складовою роботи сучасного хіміка в науковій чи заводській лабораторії, на виробництві є на сьогодні контроль перебігу хімічної реакції та вивчення її кінетики, спектральний аналіз структури продукту реакції та його чистоти. Кожне окремо завдання можна вирішити, використовуючи аналітичні методи (елементний аналіз, газову та рідинну хроматографію), мас-спектрометрію, рентгеноструктурний аналіз. Кожен із цих підходів є корисним, однак має свої обмеження. В той же час, спектральні методи є найефективнішими і універсальними. Тому базові знання основних спектральних методів є необхідними для самостійної роботи в сучасній хімічній лабораторії, вони також є невід'ємною частиною сучасного органічного синтезу, фармакології та хімічної технології органічних речовин.

Предмет дисципліни: оптична спектроскопія, що включає ультрафіолетову спектроскопію і спектроскопію у видимій області (далі – УФ/Вид-спектроскопія), як абсорбційну, так і емісійну (флуоресценція), інфрачервону спектроскопію (далі - ІЧ-спектроскопія) та радіоспектроскопію –

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.

² 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.

спектроскопію ядерного магнітного резонансу (далі - ЯМР) та електронного парамагнітного резонансу (далі - ЕПР).

Метою дисципліни є формування теоретичних основ спектральних методів та навичок практичного їх використання.

Після засвоєння навчальної дисципліни студенти мають продемонструвати такі результати навчання:

знання:

- теоретичних основ спектральних методів, що належать до даного курсу;
- призначення, особливостей та аспектів практичного застосування спектральних методів;
- загальної будови спектрометрів та окремих їх вузлів;
- теоретичних основ для подальшого самостійного практичного освоєння процесу реєстрації та інтерпретації спектрів;

уміння:

- застосовувати оптичну та радіоспектроскопію для контролю перебігу хімічних реакцій, вивчення їх кінетики, спектрального аналізу структури продуктів реакції та встановлення їх чистоти;
- правильно приготувати зразок для спектральних досліджень;
- правильно обрати необхідну методику;
- самостійно виконувати первинну обробку та інтерпретацію спектрів;
- прогнозувати вигляд спектрів та спектральних параметрів органічних речовин;
- визначати структуру хімічної сполуки, використовуючи один або кілька різних спектральних методів;
- самостійно поглиблювати свої знання та практичні навички в галузі спектроскопії;

досвід:

- у коректній постановці спектральної задачі;
- у практичному застосуванні спектральних методів;
- у виборі комплексної стратегії застосування кількох методів для вирішення аналітичної чи структурної задачі.

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

2. Пререквізити дисципліни:

Вища математика	Перетворення Фур'є.
Фізика	Загальні знання із оптики, термодинаміки, магнетизму та електрики, будови атома та атомного ядра.
Загальна, органічна та неорганічна хімія	Загальні уявлення електронну будову неорганічних та органічних молекул, електронні орбіталі, електронні властивості атомів та груп, їх електронегативність, індуктивний та мезомерний ефекти, енантіо- та діастереомерію
Основи симетрії та теорії груп	Уявлення про точкові групи симетрії

Перелік дисциплін, які базуються на результатах навчання з даної дисципліни (постреквізити):

Хімічні технології органічних речовин, Реакційна здатність органічних сполук, Промислова органічна хімія

3. Зміст навчальної дисципліни

Вступ. Структура курсу «Спектральна ідентифікація органічних сполук».

Розділ 1. Спектральні методи. Ультрафіолетова спектроскопія та спектроскопія у видимій області.

Тема 1. Загальні характеристики спектральних методів.

Поняття про електромагнітне випромінювання, шкалу його енергії, одиниці вимірювання, основні види спектроскопії, їх енергія та чутливість. Основний та збуджений стани. Розподіл Больцмана. Інформативність та чутливість окремих спектральних методів.

Тема 2. Спектроскопія в УФ- та видимій області (УФ/Вид).

Оптична спектроскопія. Ультрафіолетова спектроскопія та спектроскопія у видимій області. Абсорбційна спектроскопія та флуоресценція. Колір органічних сполук. Загальна схема сучасного УФ-спектрометра та спектрофлуориметра: джерела світла, типи монохроматорів, світлочутливі датчики. Практичні аспекти реєстрації УФ/Вид-спектрів: типи кювет, розчинники. Флуоресценція, поглинання та емісія, природа її виникнення, принципи та практичне застосування. Закон Бугера-Ламберта-Берра. Молярний коефіцієнт поглинання та його десятковий логарифм. Ізобестичні точки. Хромофори та ауксохроми. Батохромний та гіпсохромний зсуви. Гіперхромний та гіпохромний ефекти. Оптична спектроскопія та будова хімічних сполук, практичне застосування. Особливості поглинання окремих класів органічних сполук. Правила Вудворда-Фізера. Правило Скотта.

Розділ 2. Інфрачервона спектроскопія.

Тема 2.1. Методологічні аспекти ІЧ-спектроскопії.

Інфрачервоний діапазон електромагнітних коливань та спектральних методів, що використовують даний діапазон довжин хвиль. Коливання атомів в молекулі, типи коливань. Поняття про коефіцієнт жорсткості та приведену масу. Гармонійний та ангармонійний осцилятори. Фур'є-спектроскопія, її переваги. Часове та частотне представлення спектра, перетворення Фур'є. Принцип дії інтерферометра Майкельсона. Метод АTR (порушеного повного відображення). Загальна схема сучасного ІЧ-спектрометра: джерело випромінювання, монохроматори, інтерферометри, кювети, датчики. Приготування зразка.

Тема 2.2. Практичне застосування ІЧ-спектроскопії.

Основні ділянки ІЧ-спектра. Смуги поглинання основних функціональних груп. Водневі зв'язки та їх прояв в ІЧ-спектрах. Загальна стратегія та особливості інтерпретації ІЧ-спектрів, практичне застосування ІЧ-спектроскопії. Ізотопні ефекти в ІЧ-спектрах. Особливості ІЧ-спектроскопії з перетвореннями Фур'є.

Розділ 3 – Спектроскопія ядерного магнітного резонансу.

Тема 3.1. Магнітні властивості елементів. Будова атомного ядра. Спіни та спінові числа атомних ядер. Поведінка ядерного спіна в зовнішньому магнітному полі – ефект Зеемана.

Розподіл Больцмана. Магнітно активні ядра та їх природний вміст. Громагнітне співвідношення та чутливість в спектроскопії ЯМР. Сумарний вектор намагніченості зразка. Умови поглинання радіочастотного випромінювання ядрами водню – ядерний магнітний резонанс (ЯМР). ЯМР та електронний парамагнітний резонанс – спільні риси та відмінності. Процеси релаксації. Поняття про спін-спінову та спін-граткову релаксацію, вплив T_1 та T_2 на параметри спектрів ЯМР. Загальна схема та основні вузли спектрометра ЯМР. Сучасний спектрометр ЯМР.

Тема 3.2. Протонний магнітний резонанс (ПМР). Екранування ядер, його природа. Хімічний зсув, діамагнітне та парамагнітне екранування ядер. Анізотропія хімічного зсуву. Діаграми хімічних зсувів, основні принципи інтерпретації спектрів. Розчинники для спектроскопії ЯМР. Спін-спінова взаємодія. Прямі, гемінальні, віцинальні константи спін-спінової взаємодії (KCSB). Залежність значень констант спін-спінової взаємодії в протонних спектрах від структури речовини. Хімічна та магнітна нееквівалентність ядер. Спектри першого та вищих порядків. Спінова симуляція.

Тема 3.3. Спектроскопія ЯМР ^{13}C . Векторна модель ЯМР, система координат, що обертається, імпульсний експеримент, еволюція синглетного та мультиплетного сигналів. Імпульсна спектроскопія ЯМР з перетворенням Фур'є. Спад вільної індукції. Вимірювання часів релаксації T_1 методом інверсії-відновлення, вимірювання T_2 методом спінової луни. Проблема накопичення спектрів ЯМР для ядер із низьким природним вмістом. Шкала хімічних зсувів ЯМР ^{13}C . Декаплювання протонів та інших ядер як метод спрощення спектрів та підвищення чутливості. Спеціальні методи декаплювання. Інтегрування спектрів та ядерний ефект Оверхаузера. Редагування спектрів ЯМР ^{13}C - методи APT та DEPT.

Тема 3.4. Двовимірні спектри ЯМР. Подолання труднощів в інтерпретації спектрів ЯМР: гомоядерний селективний декаплінг як застарілий підхід. Двовимірні спектри ЯМР: кореляційні спектри COSY та TOCSY, їх призначення та інтерпретація. Мультиплетність в спектрах ЯМР ^{13}C – реєстрація без розв'язки від протонів, офф-резонанс, методики APT та DEPT. Гетероядерна кореляція: одноквантова (методики HETCOR, HMQC, HSQC) та багатоквантова кореляція (методики COLOC, HMBC).

Тема 3.5. Двовимірні спектри ЯМР. Кореляція ^{13}C - ^{13}C , метод 2D-INADEQUATE. Практичне застосування кореляційних методів. Методики засновані на ЯЕО, використання ЯЕО для розв'язання структурних задач. Фазочутливі двовимірні експерименти COSY. Методи NOESY та ROESY. Огляд менш поширених двовимірних методів.

Тема 3.6. Спектроскопія ЯМР – методологічні аспекти. Еволюція сучасних спектрометрів ЯМР – принцип дії, основні блоки та вузли. Надпровідний магніт в сучасних спектрометрах ЯМР. Однорідність магнітного поля, процес шимування. Прояв неоднорідності магнітного поля в спектрах ЯМР. Призначення, типи та будова датчиків. Криодатчики. Настільні міні-спектрометри ЯМР. Принцип дії дейтерієвої стабілізації резонансних умов. Приготування зразків для спектроскопії ЯМР, типові дії та помилки. Базові операції на спектрометрі. Подолання проблем при реєстрації спектрів ЯМР. Основні прийоми обробки даних. Комп'ютерні формати запису спектрів та програми для їх обробки.

Тема 3.7. Менш традиційні ядра та експерименти в спектроскопії ЯМР. ЯМР на ядрах ^{19}F , ^{31}P , ^{15}N , ^{17}O , ^2H , ^{11}B . Особливості шкал хімічних зсувів цих ядер. Перенос спінової поляризації

– методи INEPT та DEPT. Інверсне детектування ядер з низьким гіромагнітним співвідношенням: одновимірні та двовимірні версії. Визначення коефіцієнтів дифузії градієнтними методами. Метод DOSY та його застосування. Хімічний обмін та його вплив на параметри спектрів ЯМР. Поняття про шкалу часу спектрометра ЯМР. Динамічні ефекти в спектроскопії ЯМР та їх практичне значення.

Тема 3.8. Спектроскопія ЯМР зразків у твердому стані. Цілі та завдання спектроскопії ЯМР зразків у твердому стані. Спектри ЯМР широких ліній. Тензор намагніченості. Спектри ЯМР при обертанні під «магічним» кутом. Крос-поляризація. Двовимірні спектри ЯМР зразків у твердому стані.

Розділ 4 – Спектри ЕПР органічних радикалів.

Тема 4.1. Фізичні основи та принципи спектроскопії ЕПР. Спільні та відмінні риси в спектроскопіях ЯМР та ЕПР. Будова та принцип роботи спектрометра ЕПР. Структурні задачі спектроскопії ЕПР. Ширина та форма ліній, чутливість та інформативність спектрів ЕПР. Поняття про g-фактор.

Тема 4.2. Надтонкі взаємодії. Основи аналізу надтонкої структури органічних радикалів. Зв'язок констант надтонкої взаємодії з електронною структурою та геометрією радикала. Інтерпретація складних спектрів ЕПР, моделювання спектрів. Елементарна теорія ширини ліній в спектрах ЕПР. Динамічні ефекти та ефекти насичення. Спеціальні експерименти. Огляд застосування ЕПР в хімії, біології та медицині. Демонстрація роботи спектрометра Bruker ELEXSYS E580 FT/CW.

4. Навчальні матеріали та ресурси

Навчальні матеріали, зазначені нижче, наявні в бібліотеках, у вигляді електронних копій та в інтернеті. Як основна література так і інші джерела призначені для розширеного вивчення матеріалу.

Основна література:

1. Роженко О.Б. Спектральна ідентифікація органічних сполук. Частина 1. УФ-спектроскопія та спектроскопія у видимій області/ О.Б. Роженко. – Рукопис: Київ, 2021. – 44 с.
2. Perkampus H.-H. UV-VIS Spectroscopy and Its Applications/ H.-H. Perkampus. – Springer: Berlin, 1992. – 244 pp.
3. Larkin P.J. Infrared and Raman Spectroscopy Principles and Spectral Interpretation/ P.J. Larkin. – Amsterdam: Elsevier, 2011. – 228 pp.
4. Stuart B. Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications/ B. Stuart. – Chichester: Wiley, 2004. – 208 pp.
5. Воловенко Ю.М. Ядерний магнітний резонанс: підручник для ВНЗ/ Ю.М. Воловенко, О.В. Туров. - Ірпінь: Перун, 2007. – 480 с.
- 6.

Додаткова література:

1. Gell C. Handbook of Single Molecule Fluorescence Spectroscopy/ C. Gell, D. Brockwell, A. Smith. – Oxford: Oxford University Press, 2006. – 262 pp.

2. Толмачев В.Н. Электронные спектры поглощения органических соединений и их измерение: учебник для вузов/ В.Н.Толмачев. – Харків: Вища школа, 1974. - 295 с.
3. Kwan E.E. Structural Elucidation with NMR Spectroscopy: Practical Strategies for Organic Chemists./ E.E. Kwan, S.G. Huang. - Eur. J. Org. Chem., 2008, p. 2671-2688.
4. Jacobsen N.E. NMR_Spectroscopy_Explained/ N.E. Jacobsen. – Hoboken: Wiley, 2007. – 668 p.
5. Findeisen M. 50 and More Essential NMR Experiments/ M. Findeisen, S. Berger. – Weinheim: Wiley, 2014. – 308 p.
6. Solid_State_NMR_Spectroscopy. Principles and Applications/ M.J. Duer ed. – Oxford: Blackwell Science, 2002. – 567 p.
7. SpinWorks Documentation, Version 4.0.5 (2014/06/04)
8. Lund A. Principles and Applications of ESR Spectroscopy/ A. Lund, M. Shiotani, S. Shimada. – Dordrecht: Springer, 2011. 475 p.
9. Dolbier W.R. Guide to fluorine NMR for organic chemists: 2nd edition/ W.R. Dolbier. – Hoboken: Wiley, 2016. – 348 pp.
10. Kúhl O. Phosphorus-31 NMR Spectroscopy/ O. Kúhl. – Berlin: Springer, 2008. – 131 pp.

Навчальний контент

5. Методика опанування навчальної дисципліни (освітнього компонента)

Лекційні заняття

Вичитування лекцій з дисципліни проводиться паралельно з проведенням практичних занять, на яких докладно розглядаються практичні аспекти курсу та прикладні задачі. При читанні лекцій застосовується ілюстративний матеріал у вигляді презентацій Power Point та лекції у вигляді PDF-файлів, а також відеозаписи лекцій. Після кожної лекції рекомендується ознайомитись з її матеріалами, а перед наступною лекцією – повторити матеріал попередньої.

№	Дата	Опис заняття
1	1-й тиждень навчання, лекція 1	Вступ – Предмет вивчення і задачі дисципліни, оцінювання знань. Тема 1. Загальні характеристики спектральних методів. Тема 2. Спектроскопія в УФ- та видимій області (УФ/Вид). Структура курсу «Спектральна ідентифікація органічних сполук». Поняття про електромагнітне випромінювання, шкалу його енергії, одиниці вимірювання, основні види спектроскопії, їх енергія та чутливість. Абсорбційна спектроскопія. Принцип Франка-Кондона. Области УФ-випромінювання. Переходи, що використовуються в УФ/Вид-спектроскопії. Коливальні та обертальні підрівні енергії, їх вплив на УФ/Вид-спектри. Розчинники для УФ-Вид-спектроскопії. Загальна будова УФ-спектрометра. Приклади УФ-спектрів. Флуоресценція та абсорбційна спектроскопія: спільні риси та відмінності.
2	1-й тиждень навчання, лекція 2	Тема 3. Практичне застосування спектроскопії в УФ- та видимій області (УФ/Вид). Закон Бугера-Ламберта-Берра. Молярний коефіцієнт поглинання. Аналіз УФ-Вид-спектрів сумішей сполук. Ізобестичні точки. Хромофори та ауксохроми. Батохромний та гіпсохромний зсуви. Гіперхромний та гіпохромний ефекти. Спектри поглинання окремих класів сполук. Вплив розчинника на положення смуг поглинання. Оптична спектроскопія, практичне застосування. Емпіричні схеми прогнозування УФ-Вид-спектрів: правила Вудворда-Фізера, правило Скотта.
3	2-й тиждень навчання, лекція 1	Тема 4. Методологічні аспекти ІЧ-спектроскопії. Інфрачервоний діапазон електромагнітних коливань та спектральних методів, що використовують даний діапазон довжин хвиль. Коливання атомів в

		молекулі, типи коливань. Поняття про коефіцієнт жорсткості та приведену масу. Гармонійний та ангармонійний осцилятори. Фур'є-спектроскопія, її переваги. Часове та частотне представлення спектра, перетворення Фур'є. Принцип дії інтерферометра Майкельсона. Метод ATR (порушеного повного відображення). Загальна схема сучасного ІЧ-спектрометра: джерело випромінювання, монохроматори, інтерферометри, кювети, датчики. Приготування зразка.
4	2-й тиждень навчання, лекція 2	Тема 5. Практичне застосування ІЧ-спектроскопії. Основні ділянки ІЧ-спектра. Смуги поглинання основних функціональних груп. Водневі зв'язки та їх прояв в ІЧ-спектрах. Загальна стратегія та особливості інтерпретації ІЧ-спектрів, практичне застосування ІЧ-спектроскопії. Ізотопні ефекти в ІЧ-спектрах. Особливості ІЧ-спектроскопії з перетвореннями Фур'є.
5	3-й тиждень навчання, лекція 1	Тема 6. Магнітні властивості ядер елементів. Будова атомного ядра. Спіни та спінові числа атомних ядер. Поведінка ядерного спіна в зовнішньому магнітному полі – ефект Зеемана. Розподіл Больцмана. Магнітно активні ядра та їх природний вміст. Квадрупольні ядра. Гіромагнітне співвідношення та чутливість в спектроскопії ЯМР. Поведінка вектора намагніченості під дією електромагнітного імпульсу. Екранування ядер, його природа, поняття про сильне та слабе поле. Хімічний зсув, діамагнітне та парамагнітне екранування ядер. Діаграми хімічних зсувів, основні принципи інтерпретації спектрів. Розчинники для спектроскопії ЯМР. Імпульсний ЯМР, перетворення Фур'є. Процеси релаксації. Поняття про спін-спінову та спін-граткову релаксацію, вплив T_1 та T_2 на параметри спектрів ЯМР. Загальна схема та основні вузли спектрометра ЯМР, їх функції. ЯМР та електронний парамагнітний резонанс – спільні риси та відмінності.
6	3-й тиждень навчання, лекція 2	Тема 7. Протонний магнітний резонанс (ЯМР H або ПМР). Положення основних типів протонів в спектрах ПМР. Реєстрація та ідентифікація «кислих» протонів. Анізотропія хімічного зсуву. Спін-спінова взаємодія. Прямі, гемінальні, віцинальні константи спін-спінової взаємодії (KCCB). Залежність значень констант спін-спінової взаємодії в протонних спектрах від структури речовини. Хімічна та магнітна нееквівалентність ядер. Спектри першого та вищих порядків. Умови поглинання радіочастотного випромінювання ядрами водню – ядерний магнітний резонанс (ЯМР).
7	4-й тиждень навчання, лекція 1	Тема 8. Спектроскопія ЯМР ^{13}C. Проблема накопичення спектрів ЯМР для ядер із низьким природним вмістом. Шкала хімічних зсувів ЯМР ^{13}C . Декаплювання протонів та інших ядер як метод спрощення спектрів та підвищення чутливості. Спеціальні методи декаплювання. Інтегрування спектрів та ядерний ефект Оверхаузера. Інтерпретація простих спектрів ЯМР ^{13}C .
8	4-й тиждень навчання, лекція 2	Продовження Темы 8. Векторна модель ЯМР, система координат, що обертається, імпульсний експеримент, еволюція синглетного та мультиплетного сигналів. Імпульсна спектроскопія ЯМР з перетворенням Фур'є. Спад вільної індукції. Редагування спектрів ЯМР ^{13}C - методи ATP та DEPT.

9	5-й тиждень навчання, лекція 1	Тема 9. Двовимірні спектри ЯМР. Подолання труднощів в інтерпретації складних спектрів ПМР: гомоядерний селективний декаплінг – історичне значення. Двовимірні спектри ЯМР: кореляційні спектри COSY та TOCSY, їх призначення та інтерпретація. Мультиплетність в спектрах ЯМР ^{13}C – реєстрація без розв'язки від протонів. Гетероядерна кореляція: одноквантова (методики HETCOR, HMQC, HSQC) та багатоквантова кореляція (методики COLOC, HMBC). Багатоквантова фільтрація спектрів.
10	5-й тиждень навчання, лекція 2	Продовження теми 9. Кореляція ^{13}C - ^{13}C , метод 2D-INADEQUATE. Практичне застосування кореляційних методів. Методики засновані на ЯЕО, використання ЯЕО для розв'язання структурних задач. Фазочутливі двовимірні експерименти COSY. Метод NOESY. Огляд менш поширених двовимірних методів.
11	6-й тиждень навчання, лекція 1	Тема 10. Спектроскопія ЯМР – методологічні аспекти. Еволюція сучасних спектрометрів ЯМР – принцип дії, основні блоки та вузли. Надпровідний магніт в сучасних спектрометрах ЯМР. Однорідність магнітного поля, шими однорідність магнітного поля. Прояв неоднорідності магнітного поля в спектрах ЯМР. Призначення, типи та будова датчиків. Криодатчики. Настільні міні-спектрометри ЯМР. Принцип дії дейтерієвої стабілізації резонансних умов. Приготування зразків для спектроскопії ЯМР, типові операції та помилки. Базові операції на спектрометрі. Подолання проблем при реєстрації спектрів ЯМР.
12	6-й тиждень навчання, лекція 2	Тема 11. Менш традиційні ядра та експерименти в спектроскопії ЯМР. ЯМР на ядрах ^{19}F , ^{31}P . Шкали хімічних зсувів, типові константи спінової взаємодії.
13	7-й тиждень навчання, лекція 1	Продовження теми 11. ЯМР на ядрах ^{14}N , ^{15}N , ^{17}O , ^2H , ^{11}B , ^{29}Si . Особливості шкал хімічних зсувів цих ядер. Перенос спінової поляризації – метод INEPT. Інверсне детектування ядер з низьким гіромагнітним співвідношенням: одновимірні та двовимірні версії. Менш традиційні методики ЯМР. Вимірювання часів релаксації T_1 методом інверсії-відновлення, вимірювання T_2 методом спінової луни. Визначення коефіцієнтів дифузії градієнтними методами. Метод DOSY та його застосування. Хімічний обмін та його вплив на параметри спектрів ЯМР. Поняття про шкалу часу спектрометра ЯМР. Динамічні ефекти в спектроскопії ЯМР та їх практичне значення.
14	7-й тиждень навчання, лекція 2	Тема 12. Комплексне застосування спектральних методів. Інформативність спектрів. Розв'язання структурних задач із залученням спектрів ЯМР, УФ-, ІЧ-спектроскопії та мас-спектрометрії. Демонстрація роботи спектрометра ЯМР та/або комп'ютерної обробки спектрів.
15	8-й тиждень навчання, лекція 1	Тема 13. Спектроскопія ЯМР зразків у твердому стані. Цілі та завдання спектроскопії ЯМР зразків у твердому стані. Спектри ЯМР широких ліній. Тензор намагніченості. Спектри ЯМР при обертанні під «магічним» кутом. Крос-поляризація. Двовимірні спектри ЯМР зразків у твердому стані.
17	8-й тиждень навчання, лекція 2	Тема 14. Фізичні основи та принципи спектроскопії ЕПР. Спільні та відмінні риси в спектроскопіях ЯМР та ЕПР. Будова та принцип роботи спектрометра ЕПР. Структурні задачі спектроскопії ЕПР. Ширина та

	<p>форма ліній, чутливість та інформативність спектрів ЕПР. Поняття про g-фактор. Основи аналізу надтонкої структури органічних радикалів. Зв'язок констант надтонкої взаємодії з електронною структурою та геометрією радикала. Інтерпретація складних спектрів ЕПР, моделювання спектрів. Елементарна теорія ширини ліній в спектрах ЕПР. Динамічні ефекти та ефекти насичення. Спеціальні експерименти. Огляд застосування ЕПР в хімії, біології та медицині.</p>
--	--

Практичні заняття

Метою практикуму є закріплення теоретичних знань, отриманих на лекціях та в процесі самостійної роботи з літературними джерелами в ході вивчення навчальної дисципліни «Спектральна ідентифікація органічних сполук». Матеріал практичних занять спрямований на одержання практичного досвіду у визначенні структури сполук за їх спектрами.

Тиждень	Практичне заняття	Опис запланованої роботи
1	1-й тиждень навчання, заняття 1	Усне опитування. Інтерпретація УФ/Вид-та флуоресцентних спектрів.
1	1-й тиждень навчання, заняття 2	Розв'язок задач із закону Бугера-Ламберта-Бєрра та правил Вудворда-Фізєра.
2	2-й тиждень навчання, заняття 1	Розв'язок задач на інтерпретацію ІЧ-спектрів.
2	2-й тиждень навчання, заняття 2	Розв'язок задач на інтерпретацію ІЧ-спектрів. Модульна контрольна робота №1 (УФ- та ІЧ-спектроскопія) (1 година).
3	3-й тиждень навчання, заняття 1	Аналіз результатів Контрольної роботи №1 Розв'язок задач на інтерпретацію простих спектрів ПМР.
3	3-й тиждень навчання, заняття 2	Усне опитування. Інтерпретація складніших спектрів ПМР в комбінації з ІЧ-спектрами.
4	4-й тиждень навчання, заняття 1	Розв'язок задач на інтерпретацію спектрів ЯМР ¹³ C.
4	4-й тиждень навчання, заняття 2	Розв'язок комбінованих задач на інтерпретацію мас-спектрів, спектрів УФ-Вид, ЯМР ¹ H та ¹³ C. Модульна контрольна робота №2 (спектроскопія ЯМР ¹ H та ¹³ C). (1 година).
5	5-й тиждень навчання, заняття 1	Розв'язок задач на інтерпретацію одно- та двовимірних спектрів ЯМР.
5	5-й тиждень навчання, заняття 2	Розв'язок комплексних задач на інтерпретацію мас-спектрів, спектрів УФ-Вид, одно- та двовимірних спектрів ЯМР ¹ H, ¹³ C.
6	6-й тиждень навчання, заняття 1	Прикладні аспекти реєстрації спектрів ЯМР: приготування зразків, типові помилки, недоліки спектрів та шляхи їх подолання. Методи фільтрування розчинів. Обробка спектрів ЯМР.

6	6-й тиждень навчання, заняття 2	Розв'язок комплексних задач на інтерпретацію мас-спектрів, спектрів УФ-Вид, одно- та двовимірних спектрів ЯМР ^1H , ^{13}C та інших ядер.
7	7-й тиждень навчання, заняття 1	Аналіз та оцінювання розрахунково-графічних робіт, які виконували студенти.
7	7-й тиждень навчання, заняття 2	Модульна контрольна робота №3 (2 години).
8	8-й тиждень навчання, заняття 1	Демонстрація роботи ІЧ-спектрометра, спектрометра ЯМР, ЕПР та/або демонстрація програми комп'ютерної обробки спектрів.
8	8-й тиждень навчання, заняття 2	Аналіз та оцінювання розрахунково-графічних робіт, які виконували студенти. Підведення підсумків курсу, підготовка до заліку, розгляд контрольних питань.

6. Самостійна робота студента

Самостійна робота студента (СРС) протягом семестру включає повторення лекційного матеріалу, самостійне вивчення розділів підручників, які задає викладач, розв'язання задач на практичних заняттях, виконання розрахунково-графічної роботи, підготовка до заліку. Рекомендована кількість годин, яка відводиться на підготовку до зазначених видів робіт:

Вид СРС	Кількість годин на підготовку
Підготовка до практичних занять та до контрольних робіт: повторення лекційного матеріалу, самостійна інтерпретація спектрів, які розглядалися на лекції.	2 – 4 години на тиждень
Самостійне розв'язання 8 комплексних спектральних задач на визначення структури органічних сполук за їх спектрами	30 годин
Підготовка до заліку	10 годин
Разом	44 години

Політика та контроль

7. Політика навчальної дисципліни (освітнього компонента)

У звичайному режимі роботи університету лекції та практичні заняття проводяться в навчальних аудиторіях. У змішаному та дистанційному режимі лекційні та практичні заняття проводяться через платформу Zoom. Відвідування лекцій та практичних занять є обов'язковим. Перед початком чергової теми лектор проводить опитування за результатами попередніх лекцій з метою визначення рівня обізнаності здобувачів за даною темою та активації уваги студентів.

Правила поведінки на практичних заняттях:

1. Студенти повинні активно відповідати на питання та брати участь у вирішенні завдань, які ставить перед ними викладач.
2. Студенти вирішують задачі або на дошці, або онлайн. В останньому випадку відповіді на вирішені задачі студенти надсилають в електронному варіанті у чат чи на електронну пошту.

3. Після перевірки рішення викладачем студенту зараховується вирішення задачі на практичному занятті.
4. Відмова вирішувати задачу без поважної причини позбавляє студента можливості отримати заохочувальний бал (бали).

Правила призначення заохочувальних та штрафних балів:

1. За виконання завдань під час практичних занять нараховується від 1 до 2 заохочувальних балів за заняття;
2. За активну роботу під час лекції чи на практичному занятті нараховується 1 заохочувальний бал.

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)

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 заняттях.
2. Календарний контроль: проводиться тричі на семестр як моніторинг поточного стану виконання вимог силябуса у вигляді трьох модульних контрольних робіт.
3. Контроль самостійного виконання розрахункової графічної роботи по розв'язанню серії комплексних спектральних задач – починаючи з 4-го тижня семестру.
4. Семестровий контроль: залік.

Рейтингова система оцінювання результатів навчання

1. Рейтинг студента з кредитного модуля розраховується виходячи із 100-бальної шкали, з них 50 балів складає стартова шкала. Стартовий рейтинг (протягом семестру) складається з балів, що студент отримує за:

- два письмових опитування тривалістю 1 академічна година (модульних контрольних робіт № 1 та №2, МКР1 та МКР2, 10 балів кожна);
- написання підсумкової модульної контрольної роботи №3 (МКР3);

2. Критерії нарахування балів:

2.1. Критерії оцінювання модульних контрольних робіт № 1 та №2 ($N_{МК1}$ та $N_{МК2}$):

Ваговий бал – **10 балів**. Оцінювання роботи проводиться за наступною шкалою:

- повна відповідь на всі завдання (не менше 90% потрібної інформації) – 10 балів;
- достатньо повна відповідь на всі завдання (не менше 75% потрібної інформації), або повна відповідь з незначними неточностями – 9 – 7 балів;
- неповна відповідь (не менше 60% потрібної інформації) та незначні помилки – 3 – 6 балів;
- незадовільна відповідь (не відповідає вимогам на «задовільно») – 0 – 2 бали.

2.2. Критерії оцінювання модульної контрольної роботи №3 ($N_{МК3}$):

Ваговий бал – **15 балів**. Оцінювання роботи проводиться за наступною шкалою:

- повна відповідь на всі питання (не менше 90% потрібної інформації) – 15 – 14 балів;
- достатньо повна відповідь (не менше 75% потрібної інформації), або повна відповідь з незначними неточностями – 13 – 11 балів;

- неповна відповідь (не менше 60% потрібної інформації) та незначні помилки – 10 – 7 балів;
 - велика кількість помилок або ряд завдань розв’язані невірно – 6 – 4 бали.
 - незадовільна відповідь (не відповідає вимогам на «задовільно») – 0 – 3 бали.
- 2.3. Критерії оцінювання 7 комплексних спектральних задач ($N_{РГР}$), ваговий бал – **20 балів**. (2 задачі по 1 балу, 2 задачі по 2 бали, 2 задачі по 4 бали, 1 задача - 6 балів). Задача здається в письмовому вигляді або у вигляді її електронної копії. Розв’язок повинен містити докладне викладення шляху визначення студентом структури сполуки. Для складних задач, які не передбачають однозначної відповіді, можна надати дві чи більше можливих варіанти структур. Однак якщо аналіз спектрів дозволяє дати однозначну відповідь, задача не зараховується і повертається на доопрацювання.
- 2.4. Не менше **5 балів** студент повинен набрати за рахунок активності на лекціях та відповідей на практичних заняттях ($N_{бонус}$). Студент протягом семестру може набрати більше 5 балів (екстра-бали, $N_{екстра}$), але сума $N_{бонус} + N_{екстра}$ не повинна перевищувати 12 балів.

3. Умовою отримання позитивної оцінки з календарного контролю є результати написання контрольної роботи та самостійного розв’язання комплексних спектральних задач. На **першому календарному контролі** (3-й тиждень) студент отримує «зараховано», якщо його оцінка на першій модульній контрольній роботі складає не менше **5 балів (50%)**. На **другому календарному контролі** (6-й тиждень) студент отримує «зараховано», якщо його сумарна оцінка за першу та другу модульні контрольні роботи та 4 перші комплексні спектральні задачі складає не менше **13 балів (50%)**. Допуск до заліку надається за умови позитивного результату написання 3-ї модульної контрольної роботи (не менше **8 балів, >50%**) та сумарного набору не менше 36 балів

4. **На заліку** студенти проходять співбесіду із викладачем на основі виконаної ними розрахунково-графічної роботи, а також відповідаючи на контрольні питання до курсу та/або розв’язуючи спектральні задачі. Викладач може приймати залік із оцінкою «відмінно» (40 балів, сумарна оцінка 95-100 балів) без опитування студента за умови набору ним 55-60 балів під час семестру.

Система оцінювання відповіді на заліку:

- «відмінно» – повна відповідь (не менше 90% потрібної інформації) – 40-35 балів;
- «дуже добре» в цілому, повна відповідь з деякими неточностями (не менше 85% потрібної інформації) – 25-34 бали;
- «добре», достатньо повна відповідь (не менше 75% потрібної інформації, або незначні неточності чи помилки) – 20-24 бали;
- «задовільно», неповна відповідь (не менше 60% потрібної інформації та помилки) – 11-20 балів;
- «незадовільно», незадовільна відповідь – 0–10 балів.

Максимальна сума балів, яку студент може набрати протягом семестру, складає 60 балів + бонусні бали ($N_{екстра}$) за активність, якщо студент набрав більше 5 балів:

$$RC = N_{мк1} + N_{мк2} + N_{мк3} + N_{РГР} + N_{бонус} + N_{екстра} = 10+10+15+20+5 + N_{екстра} = 60 \text{ балів} + N_{екстра}$$

Умовою допуску до заліку є кількість рейтингових балів, здобутих під час семестру, яка має бути не менше 36.

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)

Перелік питань, які виносяться на семестровий контроль:

- 1) Спектральні методи, їх характеристики, чутливість та інформативність – загальна характеристика.
- 2) УФ-спектроскопія та спектроскопія у видимій області. Хромофори та ауксохроми; батохромний та гіпсохромний зсуви; гіперхромний та гіпохромний ефекти.
- 3) Електронні переходи, що спричиняють поглинання в УФ-спектрах та спектрах у видимій області.
- 4) Вплив природи розчинника на поглинання в УФ-спектрах та спектрах у видимій області.
- 5) Основні вузли УФ- та флуоресцентного спектрометра: спільні риси та відмінності.
- 6) Що таке зсув Стокса і за рахунок чого він виникає?
- 7) Основні види коливань: валентні та деформаційні коливання. Взаємозв'язок із приведеною масою та міцністю хімічного зв'язку.
- 8) Розчинники для УФ-спектроскопії та спектроскопії у видимій області.
- 9) Закон Бугера-Ламберта-Берра і його практичне застосування.
- 10) Характеристичні коливання окремих зв'язків та функціональних груп.
- 11) Спектроскопія поглинання в інфрачервоному діапазоні (ІЧ-спектроскопія). Основні вузли ІЧ-спектрометра.
- 12) Приготування зразків для ІЧ-спектроскопії.
- 13) ІЧ-спектрометр із перетворенням Фур'є – особливості та переваги.
- 14) Принцип ATR та його застосування в ІЧ-спектроскопії.
- 15) Практичне застосування ІЧ-спектроскопії.
- 16) Спектроскопія ядерного магнітного резонансу (ЯМР) – фізичні основи методу.
- 17) Основні вузли імпульсного спектрометра ЯМР.
- 18) Хімічний зсув, принципи та одиниці вимірювання.
- 19) Спектроскопія ЯМР ^1H , області резонансу основних типів протонів, інтегрування сигналів.
- 20) Спін-спінова взаємодія, розщеплення сигналів, трикутник Паскаля.
- 21) Константи спін-спінової взаємодії (КССВ), їх застосування для встановлення структури хімічних сполук.
- 22) Сильна та слабка взаємодія, типи спінових систем.
- 23) Хімічна та магнітна нееквівалентність. Приклади хімічних структур із хімічно еквівалентними та магнітно нееквівалентними протонами.
- 24) Вплив наявності хірального центру в сполуці на спектри ЯМР.
- 25) Імпульсна спектроскопія ЯМР. Принципи та основні переваги.
- 26) Еволюція вектора намагніченості під дією радіочастотного імпульсу в системі координат, що обертається. Імпульсні послідовності інверсії-відновлення та «спінова луна».
- 27) Спектроскопія ЯМР ^{13}C – спільні риси та відмінності із спектроскопією ЯМР на ядрах ^1H .
- 28) Области резонансу основних типів ядер вуглецю.

- 29) Імпульсні послідовності: спінова луна, методики APT, DEPT та їх практичне застосування.
- 30) Декаплювання в спектрах ЯМР ^{13}C – переваги та проблеми, пов'язані з ним.
- 31) Ядерний ефект Оверхаузера – практичне застосування та негативні наслідки в спектрах ЯМР.
- 32) Розчинники для спектроскопії ЯМР, особливості приготування зразків.
- 33) Імпульсна методика INEPT – застосування для реєстрації спектрів ядер з низьким гіромагнітним співвідношенням.
- 34) Двовимірні спектри ЯМР COSY та TOCSY - спільні риси та відмінності.
- 35) Двовимірні спектри ЯМР HMQC (або HSQC) та HMBC - спільні риси та відмінності.
- 36) Двовимірні спектри ЯМР COSY та NOESY - спільні риси та відмінності.
- 37) Імпульсна методика HMBC – застосування для реєстрації спектрів ядер з низьким гіромагнітним співвідношенням.
- 38) Двовимірні спектри ЯМР INADEQUATE – застосування для визначення вуглецевого скелету молекул.
- 39) Двовимірні спектри ЯМР NOESY та ROESY - спільні риси та відмінності.
- 40) Двовимірні спектри ЯМР NOESY та EXSY - спільні риси та відмінності.
- 41) Призначення двовимірної методики DOSY.
- 42) Спектри ЯМР в розчинах та твердому стані –спільні риси та відмінності.
- 43) Спектроскопія ЯМР порошків – спектри з обертання під магічним кутом (MAS). Для чого це потрібно?
- 44) Крос-поляризація в спектроскопії з обертання під магічним кутом (MAS).
- 45) Приготування зразків для спектроскопії з обертання під магічним кутом (MAS).
- 46) Класи сполук, придатних для дослідження методом спектроскопії електронного парамагнітного резонансу (ЕПР). g-Фактор.
- 47) Надтонке розщеплення в спектрах електронного парамагнітного резонансу (ЕПР).
- 48) Інтерпретація складних спектрів ЕПР шляхом їх комп'ютерної симуляції.

Передбачена можливість дистанційного зарахування самостійно виконаних практичних задач та, у виняткових випадках, модульних контрольних робіт.

Перелік матеріалів, якими дозволено користуватись під час заліку: матеріали лекцій, основні та додаткові джерела.

Будь-який виявлений прояв академічної недоброчесності є підставою вважати завдання невиконаним, або навіть підставою до недопуску студента до заліку.

Робочу програму навчальної дисципліни (силабус):

Складено доцентом кафедри органічної хімії та технології органічних речовин:

д.х.н., доц. Роженко О.Б.

Ухвалено Кафедрою органічної хімії та технології органічних речовин (протокол № 14 від 23.06.2024).

Погоджено Методичною комісією факультету (протокол № 10 від 21.06.2024 р.).