|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  | **Кафедра органічної хімії та технології органічних речовин** |
| **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 | *Нормативна* |
| Форма навчання | *денна* |
| Рік підготовки, семестр | *4 курс, весняний семестр* |
| Обсяг дисципліни | *4,5 кредитів* |
| Семестровий контроль/ контрольні заходи | *Письмовий екзамен /усне опитування, самостійне розв’язання практичних задач, 2 контрольні роботи, модульна контрольна робота* |
| Розклад занять | *Лекція 4 години на тиждень (2 пари), практичне заняття 2 години на тиждень (1 пара) за розкладом на rozklad.kpi.ua*  |
| Мова викладання | *Українська* |
| Інформація про керівника курсу / викладачів | Лектор:*д.х.н., доцент Роженко Олександр Борисович, a\_rozhenko@ukr.net [[1]](#footnote-1)*Практичні заняття:*д.х.н., доцент Роженко Олександр Борисович, a\_rozhenko@ukr.net [[2]](#footnote-2)* |
| Розміщення курсу | Zoom; доступ за запрошенням викладача |

# Програма навчальної дисципліни

# Опис навчальної дисципліни, її мета, предмет вивчання 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 сучасні 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 – 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;*
* *для самостійного практичного освоєння процесу реєстрації спектрів (за необхідності);*

***уміння****:*

* *застосовувати оптичну та радіоспектроскопію для контроль перебігу хімічної реакції, вивчення її кінетики, спектрального аналізу структури продукту реакції та встановлення його чистоти;*
* *правильно підготувати 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 правильному застосуванні спектрального методу;*
* *у практичному застосуванні окремих спектральних методів;*
* *у виборі комплексної стратегії застосування кількох методів для вирішення аналітичної чи структурної задачі.*

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

*Перелік дисциплін, знань та умінь, володіння якими необхідні студенту для успішного засвоєння дисципліни:*

|  |  |
| --- | --- |
| *Вища математика* | *Розв’язання систем лінійних рівнянь з n невідомими. Ступені та логарифми. Перетворення Фур’є.*  |
| *Фізика* | *Загальні знання із оптики, термодинаміки, магнетизму та електрики, будови атома та атомного ядра.*  |
| *Загальна, органічна та неорганічна хімія* | *Загальні уявлення про будову атома та молекули, електронні орбіталі, структурна будова органічних сполук, електронні властивості атомів та замісників, їх електронегативність, індуктивний та мезомерний ефекти* |
| *Основи симетрії та теорії груп* | *Уявлення про точкові групи симетрії, енантіо- та діастереомерію, незвідні представлення точкової групи симетрії* |

*Перелік дисциплін, які базуються на результатах навчання з даної дисципліни.*

*Дисципліни, які базуються на результатах навчання: практична робота в хімічній лабораторії.*

# Зміст навчальної дисципліни

# Вступ. *Структура курсу «Спектральна ідентифікація органічних сполук».*

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

*Тема 1.1. 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 1.2. 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 ATR (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. Гіромагнітне 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 Т1 та Т2 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 (КССВ). Залежність значень констант спін-спінової взаємодії в протонних спектрах від структури речовини. Хімічна та магнітна нееквівалентність ядер. Спектри першого та вищих порядків.*

*Тема 3.3. Спектроскопія ЯМР 13С. 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 Т1 методом інверсії-відновлення, вимірювання Т2 методом спінової луни. Проблема накопичення спектрів ЯМР для ядер із низьким природним вмістом. Шкала хімічних зсувів ЯМР 13С. Декаплювання протонів та інших ядер як метод спрощення спектрів та підвищення чутливості. Спеціальні методи декаплювання. Інтегрування спектрів та ядерний ефект Оверхаузера. Редагування спектрів ЯМР 13С - методи АТР 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 13С – реєстрація без розв’язки від протонів. Гетероядерна кореляція: одноквантова (методики НЕТСОR, HMQC, HSQC) та багатоквантова кореляція (методики COLOC, HMBC).*

*Тема 3.5. Двовимірні спектри ЯМР. Кореляція 13С-13С, 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, шими однорідність магнітного поля. Прояв неоднорідності магнітного поля в спектрах ЯМР. Призначення, типи та будова датчиків. Кріодатчики. 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 19F, 31P, 15N, 17O, 2Н, 11B. Особливості шкал хімічних зсувів цих ядер. Перенос спінової поляризації – метод INEPT. 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.*

# 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. *Воловенко Ю.М. Ядерний магнітний резонанс: підручник для ВНЗ/ Ю.М. Воловенко, О.В.Туров. - Ірпінь: Перун, 2007. – 480 с*
2. *Казицына Л.А., Применение УФ-, ИК-, ЯМР- и масс-спектроскопии в органической химии / Казицына Л.А., Куплетская Н.Б. – Москва: МГУ, 1979. – 237 с.*
3. *Наканиси К. Инфракрасные спектры и строение органических соединений. М.: Мир, 1965. – 219 с.*
4. *Пул Ч. Техника ЭПР-спектроскопии: пер. с англ./ Ч. Пул. – М.: Мир, Москва , 1970. – 557 с.*
5. *Тарасевич Б.Н. ИК спектры основных классов органических соединений/ Тарасевич Б.Н. Москва: МГУ, 2012. – 55 с*

***12.2. Додаткова література:***

1. *Воловенко Ю.М. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса для химиков/ Ю.М. Воловенко, В.Г. Карцев, И.В. Комаров, А.В.Туров, В.П. Хиля. - Москва: ICSPF, 2011. – 694 с.*
2. *Дероум Э. Современные методы ЯМР для химических исследований. Пер. с англ.-М.: Мир, 1992.-403 с*
3. *Преч Э. Определение строения органических соединений: пер. с англ./ Э.Преч, Ф. Бюльман, К. Аффольтер. – М.: Бином, 2006. - 438 с.*
4. *Сильверстейн Р. Спектрометрическая интерпретация органических соединений: пер. с англ./ Р.Сильверстейн , Ф. Вебстер, Д Кимл . – М.: Бином, 2011. – 557 с.*
5. *Толмачев В.Н. Электронные спектры поглощения органических соединений и их измерение: учебник для вузов/ В.Н.Толмачев. – Харків: Вища школа, 1974. - 295 с.*
6. *Беллами Л. Инфракрасные спектры молекул: пер. с англ./ Л. Беллами. – М.: Иностранная литература, 1957. - 444 с.*
7. *Ионин Б.И. ЯМР-спектроскопия в органической химии/ Б.И. Ионин, Б.А. Ершов, А.И. Кольцов. - Л.: Химия, 1983. - 272 с.*
8. *Леви Г. Руководство по ядерному магнитному резонансу углерода-13 для химиков-органиков: пер. с англ./ Г. Леви, Г. Нельсон. - М.: Мир, 1975. – 295 с.*
9. *Штерн Э., Тиммонс Л. Электронные абсорбционные спектры в органической химии: пер. с англ./ Э.Штерн, Л.Тиммонс. – М.: Мир, 1974. - 315 с.*
10. *Смит А. Прикладная ИК-спектроскопия/ А. Смит. – М.: Мир, 1982. – 328 с.*
11. *Шмидт В. Оптическая спектроскопия для химиков и биологов. М.Ж Техносфера, 2007. – 368 с.*
12. *Гюнтер Х. Введение в курс спектроскопии ЯМР: пер с англ./ Х.Гюнтер. - М.: Мир, 1984. - 478 с.*
13. *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.*
14. *Jacobsen N.E. NMR\_Spectroscopy\_Explained/ N.E. Jacobsen. – Hoboken: Wiley, 2007. – 668 p.*
15. *Findeisen M. 50 and More Essential NMR Experiments/ M. Findeisen, S. Berger. – Weinheim: Wiley, 2014. – 308 p.*
16. *Solid\_State\_NMR\_Spectroscopy. Principles and Applications/ M.J. Duer ed. – Oxford: Blackwell Science, 2002. – 567 p.*
17. *SpinWorks Documentation, Version 4.0.5 (2014/06/04)*
18. *Lund A. Principles and Applications of ESR Spectroscopy/ A. Lund, M. Shiotani, ·S. Shimada. – Dordrecht: Springer, 2011. 475 p.*

# Навчальний контент

# 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 читані лекцій застосовується програмний додаток Zoom та лекції у вигляді PDF-файлів. Після кожної лекції рекомендується ознайомитись з її матеріалами, а перед наступною лекцією – повторити матеріал попередньої.*

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| ***№*** | ***Дата*** | ***Опис заняття*** |
| *1* | *2 лютого 2022 р.* | *Вступ – Предмет вивчення і задачі дисципліни, оцінювання знань. Тема 1.1. Загальні характеристики спектральних методів. Структура курсу «Спектральна ідентифікація органічних сполук». Поняття про електромагнітне випромінювання, шкалу його енергії, одиниці вимірювання, основні види спектроскопії, їх енергія та чутливість.*  |
| *2* | *3 лютого 2022 р.* | *Тема 1.2. Спектроскопія в УФ- та видимій області (УФ/Вид). Абсорбційна спектроскопія. Принцип Франка-Кондона. Області 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.* |
| *3* | *9 лютого 2022 р.* | *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 ATR (порушеного повного відображення). Загальна схема сучасного ІЧ-спектрометра: джерело випромінювання, монохроматори, інтерферометри, кювети, датчики. Приготування зразка.* |
| *4* | *10 лютого 2022 р.* | *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.* |
| *5* | *16 лютого 2022 р.* | *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. Гіромагнітне 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 Т1 та Т2 на параметри спектрів ЯМР. Загальна схема та основні вузли спектрометра ЯМР. Сучасний спектрометр ЯМР.* |
| *6* | *17 лютого 2022 р.* | *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 (КССВ). Залежність значень констант спін-спінової взаємодії в протонних спектрах від структури речовини. Хімічна та магнітна нееквівалентність ядер. Спектри першого та вищих порядків.* |
| *7* | *23 лютого 2022 р.* | *Тема 3.3. Спектроскопія ЯМР 13С. Проблема накопичення спектрів ЯМР для ядер із низьким природним вмістом. Шкала хімічних зсувів ЯМР 13С. Декаплювання протонів та інших ядер як метод спрощення спектрів та підвищення чутливості. Спеціальні методи декаплювання. Інтегрування спектрів та ядерний ефект Оверхаузера.*  |
| *8* | *24 лютого 2022 р.* | *Продовження теми 3.3. 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 13С - методи АТР та DEPT.* |
| *9* | *2 березня 2022 р.* | *Тема 3.4. Двовимірні спектри ЯМР. Подолання труднощів в інтерпретації складних спектрів ПМР: гомоядерний селективний декаплінг як застарілий підхід. Двовимірні спектри ЯМР: кореляційні спектри COSY та TOCSY, їх призначення та інтерпретація. Мультиплетність в спектрах ЯМР 13С – реєстрація без розв’язки від протонів. Гетероядерна кореляція: одноквантова (методики НЕТСОR, HMQC, HSQC) та багатоквантова кореляція (методики COLOC, HMBC).*  |
| *10* | *3 березня 2022 р.* | *Продовження теми 3.4. Кореляція 13С-13С, 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* | *9 березня 2022 р.* | *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, шими однорідність магнітного поля. Прояв неоднорідності магнітного поля в спектрах ЯМР. Призначення, типи та будова датчиків. Кріодатчики. 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* | *10 березня 2022 р.* | *Тема 3.7. Менш традиційні ядра та експерименти в спектроскопії ЯМР. ЯМР на ядрах 19F, 31P. Шкали хімічних зсувів, типові константи спін-спінової взаємодії.* |
| *13* | *16 березня 2022 р.* | *Продовження теми 3.7. ЯМР на ядрах 15N, 17O, 2Н, 11B. 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 Т1 методом інверсії-відновлення, вимірювання Т2 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* | *17 березня 2022 р.* | *Тема 3.8. Комплексне застосування спектральних методів. Інформативність спектрів. Розв’язання структурних задач із залученням спектрів ЯМР, УФ-, ІЧ-спектроскопії та мас-спектрометрії.* |
| *15* | *23 березня 2022 р.* | *Тема 3.9. 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.* |
| *16* | *24 березня 2022 р.* | *Тема 3.10. Демонстрація роботи спектрометра ЯМР та/або принципи комп’ютерної обробки спектрів ЯМР на персональному комп’ютері. Основні прийоми обробки даних. Комп’ютерні формати запису спектрів та програми для їх обробки.* |
| *17* | *30 березня 2022 р.* | *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.* |
| *18* | *31 березня 2022 р.* | *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.* |

*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 досвіду розв’язання практичних задач при визначенні структури сполук за їх спектрами.*

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| ***Тиждень*** | ***Тема*** | ***Опис запланованої роботи*** |
| *1* | *Спектроскопія в УФ- та видимій області (УФ/Вид).* | *Розв’язок задач із закону Бугера-Ламберта-Берра та правил Вудворда-Фізера. Інтерпретація УФ/Вид-спектрів.* |
| *2* | *Тема 2.2. Практичне застосування ІЧ-спектроскопії.* | *Розв’язок задач на інтерпретацію ІЧ-спектрів. Контрольна робота №2 (УФ- та ІЧ-спектроскопія).* |
| *3* | *Тема 3.2. Протонний магнітний резонанс (ПМР).* | *Розв’язок задач на інтерпретацію спектрів ПМР.* |
| *4* | *Тема 3.3. Спектроскопія ЯМР 13С.* | *Розв’язок задач на інтерпретацію спектрів ЯМР 13С. Контрольна робота №2 (спектроскопія ЯМР 1Н та 13С).* |
| *5* | *Тема 3.4. Двовимірні спектри ЯМР.* | *Розв’язок задач на інтерпретацію двовимірних спектрів.* |
| *6* | *Тема 3.6. Спектроскопія ЯМР – методологічні аспекти та Тема 3.7. Менш традиційні ядра та експерименти в спектроскопії ЯМР.* | *Прикладні аспекти реєстрації спектрів ЯМР: приготування зразків, типові помилки, недоліки спектрів та шляхи їх подолання. Методи фільтрування розчинів.* |
| *7* | *Тема 3.8. Комплексне застосування спектральних методів.* | *Розв’язок задач на визначення структури сполуки на основі УФ-, ІЧ-, мас-спектрів, одно- та двомірних спектрів ЯМР.* |
| *8* | *Теми 1-4.* | *Модульна контрольна робота.* |
| *9* | *Тема 3.9. Спектроскопія ЯМР зразків у твердому стані та Тема 4.1. Фізичні основи та принципи спектроскопії ЕПР.* | *Інтерпретація спектрів ЯМР зразків у твердому стані та спектрів ЕПР.* |

# Самостійна робота студента

*Самостійна робота студента (СРС) протягом семестру включає повторення лекційного матеріалу, вирішення задач на практичних заняттях, підготовка до захисту практичних завдань, підготовка до екзамену. 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 інтерпретацію спектрів, які розглядалися на лекції.* | *2 – 4 години на тиждень* |
| *Самостійне розв’язання 10 комплексних спектральних задач на визначення структури органічних сполук за їх спектрами* | *20 годин* |
| *Підготовка до екзамену* | *20 годин* |

# Політика та контроль

# 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 проводити 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 штрафується відповідно до правил призначення заохочувальних та штрафних балів.*

*Правила призначення заохочувальних та штрафних балів:*

1. *За виконання завдань під час практичних занять нараховується від 1 до 2 заохочувальних балів;*
2. *За активну роботу на лекції та 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 чесності та іншими положеннями Кодексу честі університету.*

# Види контролю та рейтингова система оцінювання результатів навчання (РСО)

*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 силабусу у вигляді двох контрольних робіт та однієї модульної контрольної роботи.*
3. *Контроль самостійного виконання комплексних спектральних задач – протягом семестру.*
4. *Семестровий контроль: письмовий екзамен.*

***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 (10 балів кожне);*
* *написання модульної контрольної роботи (МКР);*

*2.* ***Критерії нарахування балів****:*

*2.1. Критерії оцінювання контрольних робіт (Nк1 та Nк2):*

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

* *повна відповідь (не менше 90% потрібної інформації) – 10 балів;*
* *достатньо повна відповідь (не менше 75% потрібної інформації), або повна відповідь з незначними неточностями – 9 – 6 балів;*
* *неповна відповідь (не менше 60% потрібної інформації) та незначні помилки – 3 – 5 балів;*
* *незадовільна відповідь (не відповідає вимогам на «задовільно») – 0 – 2 балів.*

*2.2. Критерії оцінювання модульної контрольної роботи (Nмк):*

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

* *повна відповідь (не менше 90% потрібної інформації) – 15 – 12 балів;*
* *достатньо повна відповідь (не менше 75% потрібної інформації), або повна відповідь з незначними неточностями – 7 – 11 балів;*
* *неповна відповідь (не менше 60% потрібної інформації) та незначні помилки – 4 – 6 балів;*
* *незадовільна відповідь (не відповідає вимогам на «задовільно») – 0 – 3 балів.*
	1. *Критерії оцінювання 10 комплексних спектральних задач (Nсз), ваговий бал –* ***20 балів****. (4 задачі по 1 балу, 3 задачі по 2 бали, 2 задачі по 3 бали, 1 задача за 4 бали). Задача здається в письмовому вигляді або у вигляді її електронної копії. Розв’язок повинен містити докладне описування логіки отримання відповіді. Для складних задач, які не передбачають однозначної відповіді, можна надати дві чи більше можливих структур. Однак якщо аналіз спектрів дозволяє відкинути одну чи всі структури, задача вважається виконаною неправильно і не зараховується.*
	2. *Не менше* ***5 балів*** *студент повинен набрати за рахунок активності на лекціях та практичних заняттях (Nа).*

*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 контрольній роботі складає не менше* ***5 балів (50%)****. На* ***другому календарному контролі*** *(6-й тиждень) студент отримує «зараховано», якщо його оцінка на другій контрольній роботі складає не менше* ***5 балів (50%)*** *і зараховані 4 перші комплексні спектральні задачі. Допуск до екзамену надається за умови позитивного результату написання модульної контрольної роботи (не менше* ***8 балів, >50%****) та здача всіх 10 комплексних спектральних задач.*

*4.* ***На екзамені*** *студенти виконують письмову контрольну роботу. Кожне завдання містить 4 задачі. Кожна задача оцінюється у 10 балів.*

*Система оцінювання завдань екзаменаційного білету:*

* + - *«відмінно», повна відповідь (не менше 90% потрібної інформації) – 10 балів;*
		- *«добре», достатньо повна відповідь (не менше 75% потрібної інформації, або незначні неточності) – 9 – 8 балів;*
		- *«задовільно», неповна відповідь (не менше 60% потрібної інформації та деякі помилки) – 7 – 6 балів;*
		- *«незадовільно», незадовільна відповідь – 0 балів.*

*Максимальна сума балів, яку студент може набрати протягом семестру, складає 60 балів + бонусні бали (Nб) за активність, якщо студент набрав більше 5 балів:*

*RС = Nк1 + Nк2 + Nмк + Nсз + Nа + Nб = 10+10+15+20+5 = 60 балів + Nб*

*Умовою допуску до екзамену є зарахування всіх письмових опитувань, написання МКР, та кількість рейтингових балів 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 |

# 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. Основні види коливань: валентні та деформаційні коливання. Взаємозв’язок із приведеною масою та міцністю хімічного зв’язку.
7. Розчинники для УФ-спектроскопії та спектроскопії у видимій області.
8. Закон Бугера-Ламберта-Берра і його практичне застосування.
9. Характеристичні коливання окремих зв’язків та функціональних груп.
10. Спектроскопія поглинання в інфрачервоному діапазоні (ІЧ-спектроскопія). Основні вузли ІЧ-спектрометра.
11. Приготування зразків для ІЧ-спектроскопії.
12. ІЧ-спектрометр із перетворенням Фур’є – особливості та переваги.
13. Принцип ATR та його застосування в ІЧ-спектроскопії.
14. Практичне застосування ІЧ-спектроскопії.
15. Спектроскопія ядерного магнітного резонансу (ЯМР) – фізичні основи методу.
16. Основні вузли спектрометра ЯМР.
17. Хімічний зсув, принципи та одиниці вимірювання.
18. Спектроскопія ЯМР 1Н, області резонансу основних типів протонів, інтегрування сигналів.
19. Спін-спінова взаємодія, розщеплення сигналів, трикутник Паскаля.
20. Константи спін-спінової взаємодії (КССВ), їх застосування для встановлення структури хімічних сполук.
21. Сильна та слабка взаємодія, типи спінових систем.
22. Хімічна та магнітна нееквівалентність. Приклади хімічних структур із хімічно еквівалентними та магнітно нееквівалентними протонами.
23. Імпульсна спектроскопія ЯМР. Принципи та основні переваги.
24. Основні вузли імпульсного спектрометра ЯМР.
25. Еволюція вектора намагніченості під дією радіочастотного імпульсу в системі координат, що обертається.
26. Спектроскопія ЯМР 13С – спільні риси та відмінності із спектроскопією ЯМР на ядрах 1Н.
27. Області резонансу основних типів ядер вуглецю.
28. Імпульсні послідовності: спінова луна, методики АРТ, DEPT та їх практичне застосування.
29. Декаплювання в спектрах ЯМР 13С – переваги та проблеми, пов’язані з ним.
30. Розчинники для спектроскопії ЯМР, особливості приготування зразків.

*Передбачена можливість зарахування дистанційних контрольних робіт та самостійно виконаних практичних задач.*

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

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

**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 26.06.2021).

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

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. [↑](#footnote-ref-1)
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. [↑](#footnote-ref-2)