



ПЛОВДИВСКИ УНИВЕРСИТЕТ "ПАИСИЙ ХИЛЕНДАРСКИ"

България 4000 гр. Пловдив ул. "Цар Асен" № 24; Централa: (032) 261 261
Декан: (032) 261 402 факс (032) 261 403 e-mail: chemistry@uni-plovdiv.bg

УЧЕБНА ПРОГРАМА

Факултет

ХИМИЧЕСКИ

Катедра

Аналитична химия и компютърна химия

Професионално направление (на курса)

4.2 Химически науки

Специалност

Спектрохимичен анализ (задочно обучение)

ОПИСАНИЕ

Наименование на курса

Съвременни насоки в молекулния спектрален анализ

Код на курса

Тип на курса

Задължителен

Равнище на курса (ОКС)

Магистър

Година на обучение

първа

Семестър

I

Брой ECTS кредити

6

Име на лектора

Доц. д-р Пламен Пенчев

Анотация

Курсът дава надграждащи знания в областта на молекулния спектрален анализ за студенти, които са изучавали инструментални методи за анализ, както и усъвършенства техния практически опит при работата с апаратите и различните техники за анализ. Придобитите знания са достатъчни за тяхната работа в химични, производствени или университетски лаборатории, които използват изучаваните методи и техники.

Курсът задълбочава знанията на студентите по теоретичните основи на молекулната спектроскопия и методите за качествен и количествен анализ, който се извършва с молекулна спектроскопия. Освен необходимата основна подготовка за работа на ИЧ и Раман спектрометри, студентите получават знания за (1) предварителна оценка на един аналитичен проблем, (2) избор на метод(и) и техника/и за анализите, (3) тълкуване и интерпретация на резултатите от анализа.

Упражненията и семинарните занятия са построени по начин, който допълва и подпомага усвояването на лекционния материал. Те обхващат задълбочено изучаване на принципа, устройството и действието на новите спектрални техники във вибрационната спектроскопия. Студентите работят със спектралните апарати самостоятелно, като основен акцент се поставя върху правилния подбор на различните устройства (представки) за решаване на конкретната задача и надеждното тълкуване на регистрираните спектри и получените данни. В упражненията се набляга и върху интерпретацията на ИЧ и протонни ЯМР спектри, по начина по който се извършва от съответните спектроскописти или химиците-органици.

Електронната спектроскопия във УВ-Вид област не се счита за съвременен метод за анализ, но нейното присъствие в курса спомага за разбиране на квантовомеханичния характер на енергетичните нива в молекулите и преходите между тях, както и илюстрира (и донякъде обобщава) принципите за изчисляване на интензитета на ивиците, които принципи са същите както при атомно абсорбционната/емисионната спектроскопии.

Получените теоретични и практични знания подпомагат разбирането на другите дисциплини от магистратурата, особено "Компютърна обработка на структурна и химична информация". Те са извънредно необходими за усвояване на материала в последващата дисциплина "Компютърни методи за обработка и интерпретация на спектрална информация".

Компетенции

Успешно завършилите обучението по тази дисциплина:

1. Ще знаят:

- Принципите, предимствата и ограниченията на инструменталните методи за анализ: вибрационна и масспектроскопия и спектроскопия на протонния ядрено-магнитен резонанс (ЯМР).
- Да свързват и обясняват ИЧ и Раман спектри с вибрационните преходи в молекулата.
- Да извличат допълващата се информация от ИЧ и Раман спектрите на дадено органично съединение.
- Да обясняват и предвиждат химичното отместване на сигналите в протонните ЯМР спектри с помощта на електроотрицателността и магнитната анизотропия на различните групи.

- Да обясняват и предвиждат разцепването на сигналите в протонните ЯМР спектри с помощта на правилата за спектри от нулев и първи порядък.
- Принципа на приложение на протонните ЯМР спектри за количествен анализ.

2. Ще могат:

- Самостоятелно да измерват ИЧ и Раман спектри на твърди и течни проби.
- Самостоятелно да измерват ИЧ спектри с пълно вътрешно отражение и дифузно отражение.
- Да интерпретират ИЧ спектри на ниско-молекулни органични съединения.
- Да отнасят протонни ЯМР спектри на ниско-молекулни органични съединения.
- Да изчисляват химичното отместване на редица групи с помощта на адитивни схеми.
- Да изчисляват химичните отмествания в АВ спинова система.
- Да извършват количествен анализ по протонните ЯМР спектри.
- Да извличат пълната структурна информация от протонния ЯМР и ИЧ спектри на дадено ниско или средно молекулно органично съединение при известна молекулна формула.

Начин на преподаване

Аудиторно: 50 ч.

- Лекции (20 часа),
- Лабораторни упражнения (30 часа)

Извънаудиторно: 130 ч

- Самостоятелна подготовка
- Курсова работа
- Консултации

Предварителни изисквания (знания и умения от предходното обучение)

Задължително изискване е студентите да са изучавали общите математически и физически курсове, а също и дисциплината Инструментални методи за анализ (или неин еквивалент) в бакалавърското ниво от специалностите Химия, Компютърна химия, Химия и физика, Биология и химия, Биология, Молекулярна биология, Екология, както и всички специалности от Химико-технологичните университети, Университета по хранителни технологии и Аграрния университет.

Студентите трябва да имат познания по следните теми:

- Да познават и боравят свободно с основните математични понятия като *производна, определен интеграл, матрица, обикновени диференциални уравнения с постоянни коефициенти*.
- Да са запознати с основните физични понятия от класическата механика, теория на електромагнетизма, теория на вълните и класическата оптика.
- Да разпознават различните класове неорганични съединения и да имат общи познания за техните химични свойства.
- Да разпознават различните класове органични съединения и да имат общи познания за техните химични свойства.
- Студентите трябва да имат основни умения за работа в химична лаборатория: да познават и да работят с проста лабораторна екипировка – колби, цилиндри, чаши, нагревателни уреди и ексикатори.
- Да са запознати с основен курс по аналитична химия.
- Да боравят свободно с мерните единици за концентрация и да могат да ги преобразуват една в друга.

- Да боравят свободно с физичните величини, които се срещат в спектроскопията като честота, дължина на вълна, вълново число и т.н.

Препоръчани избираеми програмни компоненти

Масспектрометрия с индуктивно свързана плазма, Комбинирани хроматографски техники и Разкриване на структурата на органични съединения с методите на молекулната спектроскопия.

Техническо осигуряване на обучението

- Две лаборатории, оборудвани за пробоподготовка.
- Апарати за електронна спектроскопия във УВ-Вид област: (1) Perkin-Elmer Lambda 15 UV/Vis Spectrophotometer и (2) Lambda 9 Perkin-Elmer UV/Vis/NIR Spectrophotometer. И двата апарата са с дифракционна решетка и измерват спектри в УВ/Вид област, а втория и в близката-ИЧ област.
- Апарати за вибрационна спектроскопия: (1) ИЧ спектрометър Perkin-Elmer 1750 FT-IR spectrometer, както и най-съвременните апарати във вибрационната спектроскопия (2) VERTEX 70 FT-IR spectrometer (Bruker Optics) и (3) Раман спектрометър RAM II (Bruker Optics), екипиран допълнително с микроскоп RamanScope (Bruker Optics) с три оптични обектива с увеличения x10, x40 и x100.
- Представки (1) за пълно вътрешно отражение, ATR accessory MIRacle™ (ZnSe crystal, PIKE Technologies, Inc) и (2) за дифузно отражение, Diffuse Reflection Accessory Praying Mantis™ (Harrick Scientific Products, Inc.).
- Уред за определяне на температурата на топене SMP10 – 1 бр. и рН-метър - 1 бр., вибрационна мелница и преса – по 1 бр.

Съдържание на курса

Курсът включва преподаване на теоретичните основи, предимствата и ограниченията на най-използваните в аналитичната практика инструментални методи, които измерват молекулни спектри. Теоретичните основи се разглеждат с помощта на разбираема за студентите математика и представляват задълбочаване на знанията на студентите по съответната дисциплина от бакалавърското ниво. Темите в лекциите са отделени и систематизирани по физични принципи и измерваеми величини (квантови нива и преходи между тях, интензитет, техники на експеримента). По този начин отделните спектроскопии се разглеждат успоредно като се прави сравнение между тях.

При вибрационна спектроскопия е наблегнато на нейното приложение за т.н. “групов анализ”, който позволява разкриване на основни химични групи в изследваните органични съединения. В тази връзка студентите се запознават подробно с характеристикните трептения, техните свойства, зависимостта на тяхната честота и интензитет от различни фактори, както и тяхното прилагане за анализ на спектрите на органични съединения.

Преподаването на електронната спектроскопия в курса е ограничено до теоретично разглеждане на електронните нива, преходите между тях и подборните правила, като по този начин се обобщават и систематизират знанията на студентите за законите, които властват в микросвета на молекулите.

При преподаване на ¹H-ЯМР спектроскопия се набляга на физичните основи на явленията, както и на влиянието на структурата на изследваните съединения върху положението и разцепването на сигналите в спектъра.

Упражненията имат за цел да дадат знания и опит за решаване на практически въпроси от ежедневната химическа практика като (1) избор на експериментална техника за анализ, (2) заснемане на ИЧ и Раман спектри на органични съединения в твърдо и течно състояние, директно или с представки, (3) интерпретация на ИЧ и Раман спектри на органични съединения, (4) отнасяне на сигналите на протонните ЯМР спектри на съединения с известна структура, (5) извличане на пълната структурна информация при съвместното използване на ИЧ и протонни ЯМР спектри на органични съединения с известна молекулна формула.

Практическите занятия включват решаване на изчислителни и теоретични задачи, както и експериментална част, която основно е пробоподготовка и спектрални измервания. Студентите се поощряват да работят в групи, където дискусията между тях запълва празнотите в техните теоретични знания. Писането на протоколи не е задължително, но студентите се поощряват да имат собствена тетрадка за записки (надписана от тях и подписана от лектора), която могат да използват при крайния изпит по дисциплината. По време на практическите занятия, студентите се запознават с различни справочни пособия, като спектрални атласи и компютърни спектрални библиотеки.

Тематично съдържание на учебната дисциплина

А/Лекции по Инструментален анализ

Тема	часове
1. ПРЕГОВОР НА ТЕОРЕТИЧНИТЕ ОСНОВИ НА МОЛЕКУЛНИТЕ СПЕКТРАЛНИ МЕТОДИ ЗА АНАЛИЗ. Основни инструментални методи за анализ - принцип на работа, области на приложение, ограничения и предимства спрямо другите методи. Принцип на мас-спектрометрия на атомни и молекулни йони. Принцип на ротационната и вибрационната спектроскопии. Принцип на регистрирането на вибрационно-ротационните ИЧ и Раман спектри. Електронна спектроскопия. Спектроскопия на ядрено-магнитния резонанс – принцип, реализация, приложение, ограничения.	3
2. ПРИЛОЖЕНИЕ НА СИМЕТРИЯТА ВЪВ ВИБРАЦИОННАТА И ЕЛЕКТРОННА СПЕКТРОСКОПИЯ. Симетрия на молекулите, елементи и операции на симетрия, неприводими представяния. Симетрия на трептенията на многоатомните симетрични молекули. Симетрия на вълновата функция на симетричните молекули. Идея за прилагането на квантово-химичните методи за изчисляване на енергетичните нива в молекулите и вероятността за преход между тях.	1
3. ПОДБОРНИ ПРАВИЛА ЗА ПРЕХОДИТЕ МЕЖДУ ЕНЕРГЕТИЧНИТЕ НИВА В МОЛЕКУЛИТЕ. Електронно-вибрационно-ротационни нива и преходите между тях – интензитет на ивиците в ИЧ и Раман спектрите. Извеждане на правилото за алтернативна забрана с помощта на групите за точкова симетрия. Интензитет на ивиците в електронната УВ-Вид спектроскопия. Разрешени и забранени преходи в протонните ЯМР спектри.	1
4. ТЕХНИКИ НА ВИБРАЦИОННАТА СПЕКТРОСКОПИЯ. Абсорбционен, емисионен и комбинационно-разсейвателен (Раман) вибрационен спектър. Вибрационни спектри на пълно вътрешно отражение и дифузионно отражение – принцип и устройство на съответните представки. Устройство на ИЧ спектрометър с Фурие трансформация.	2
5. РАМАН-СПЕКТРОСКОПИЯ. Принцип на метода и приложения. Раман микроскопия.	1

6. ХАРАКТЕРИСТИЧНИ ТРЕПЕНИЯ НА МОЛЕКУЛИТЕ. Трепене на многоатомни молекули - брой на трепенията, видове, форми на трепене. Условия за характеристикност. Фактори, влияещи върху характеристикните честоти. Разположение на ивиците в средната инфрачервена спектрална област. Вибрационни спектри на различни класове химични съединения Интерпретация на ИЧ спектри.	2
7. ФИЗИЧНИ ОСНОВИ НА ЯМР СПЕКТРОСКОПИЯТА. Връзка между структура и ¹ H-ЯМР спектър – кратък анализ на конкретен протонен спектър. Химично отместване. Екраниране на магнитното поле от електроните. Химично отместване. Стандартни вещества в ЯМР. Адитивни схеми за изчисляване на химичното отместване в ¹ H-ЯМР спектри. Спин-спиново взаимодействие. Разцепване на и площ под сигналите в ¹ H-ЯМР спектри. Магнитна анизотропия.	2
8. ИНТЕРПРЕТАЦИЯ НА ¹H-ЯМР СПЕКТРИ. Химическа и магнитна еквивалентност на протоните и другите магнитно-активни ядра. Отнасяне на сигналите в ¹ H-ЯМР спектри. Използване на ¹ H-ЯМР спектри за разкриване на структурата на нискомолекулни органични съединения. Анализ на спектри от нулев, първи и втори порядък. Квантово-механичен модел на спинова система от протони. Анализ на АВ спинова система.	3
9. КОЛИЧЕСТВЕНО ОПРЕДЕЛЯНЕ С ВИБРАЦИОННИ СПЕКТРИ. Анализ на еднокомпонентни и многокомпонентни разтвори. Спектрални пречения и тяхната корекция. Анализ на твърди проби.	3
10. СПЕЦИАЛНИ ТЕМИ ОТ МОЛЕКУЛНАТА СПЕКТРОСКОПИЯ. Едномерни ¹³ C-ЯМР спектри. Други типове едномерни спектри и информацията, която те дават. Двумерни ЯМР спектри и информацията, която те дават. Използване на площта под сигналите на ¹ H-ЯМР спектри за количествено определяне. Разкриване на структурата на непознато съединение – схема на използваните спектрални методи.	2
Общ брой часове:	20

Форми на текущ контрол:

Поради това, че магистратурата е задочна, единствено е възможно поставянето на **текуща оценка** върху изпълнение на задачите от упражненията. Има само две оценки – 6.00 (коректно и пълно са изпълнени задачите от студентите по време на упражнението) и 2.00 (не е извършена планираната работа или студентът отсъства). Текущата оценка се формира от всяко едно упражнение чрез осредняване.

Б/ Упражнения по Инструментален анализ	
тема	часове
1. Увод в спектралните методи - Изчисления с основните величини в спектроскопията – превръщане между честота, дължина на вълната и вълново число - Превръщане между абсорбция и пропускливост - Спектрални интервали във вибрационната спектроскопия	1
2. Измерване на ИЧ спектри - Заснемане на ИЧ спектри на проби в твърдо и течно състояние – измерване във вид на филми, в кювети, в капилярен слой, в таблетки от алкални соли. - Заснемане на DRIFT и ATR спектри.	4

3. Заснемане на Раман спектри - Валидиране на Раман апарата - Заснемане на Раман спектри на проби в твърдо и течно състояние. - Измерване с Раман микроскоп	3
4. Интерпретация на ИЧ спектри на химични съединения - Ивици на основните химични групи в ИЧ спектрите на нискомолекулни съединения - Еквивалент на ненаситеност - Работа с корелационни таблици, книги и спектрални атласи	2
5. Интерпретация на ИЧ спектри на химични съединения - Интерпретация на ИЧ спектри на химични съединения, съдържащи важни характеристични групи.	5
6. Интерпретация на Раман спектри на химични съединения - Интерпретация на Раман спектри на химични съединения, съдържащи важни характеристични групи - Анализ на ИЧ и Раман спектрите на дадено органично съединение	2
7. Протонни ЯМР спектри - Протонен спектър от нулев порядък - Адитивни схеми за изчисляване на химичното отместване – обяснение и задачи. - Работа с корелационни таблици - Разцепване на сигналите в протонните ЯМР спектри от първи порядък - Площ под сигналите	4
8. Протонни ЯМР спектри - Разпознаване на химично и магнитно еквивалентни протони и други магнитни ядра, класификация на спиновите системи - Спектри от втори порядък - Анализ на АВ спинова система	2
9. Отнасяне на протонни ЯМР спектри - Отнасяне на сигналите в протонния спектър на органично съединение с известна структура чрез използване на разцепване и площ на сигналите, адитивни схеми за изчисляване на химичното отместване и корелационни таблици	2
10. Интерпретация на протонни ЯМР спектри - Интерпретация на протонни ЯМР спектри от първи порядък на нискомолекулни съединения - Интерпретация на протонни ЯМР спектри от втори порядък на нискомолекулни съединения - Извличане на пълната информация от протонния ЯМР и ИЧ спектър на органично съединение с известна молекулна формула.	3
11. Количествен анализ с молекулни спектри - Количествен анализ на ИЧ спектър, корекция на базовата линия - Изчисления за определяне на молното отношение на компонентите в разтвор по протонния ЯМР спектър	2
Общ брой часове:	30

В/ Самостоятелна подготовка:

Студентите трябва да изработят **курсова работа**, включваща интерпретацията на ИЧ спектър на неизвестно нискомолекулно съединение с известна молекулна формула. За целта в Интернет страницата на преподавателя се поставя PDF файл с разпечатаният спектър (пълна спектрална крива и местоположение на ивиците) и въпроси. Студентите записват своите изводи, относно определени структурни фрагменти и цялостната структура на съединението, както и отнасят ивиците му. Те предават разпечатаната работа на лектора до началото на седмицата, в която се провежда изпита. Изработването на курсова работа е задължително и е свързано със заверката на семестъра.

Библиография

Автор	Заглавие	Издателство	Година
Андреев Г.	Молекулна Спектроскопия	Изд. ПУ	2010
Борисова, Р. (ред.)	Основи на химичния анализ	Водолей	2009
Крисчан Г., О'Райли Д..	Инструментален анализ.	Изд. СУ "Кл. Охридски"	1993
Lambert J.B., Mazzola E.P.	Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy. An Introduction to Principles, Applications, and Experimental Methods	Pearson Education	2004
Eberhard Breitmaier	Structure Elucidation By NMR In Organic Chemistry: A Practical Guide.	John Wiley & Sons	2002
Андреев Г., Пенчев П.	Свитьък със подходите и конкретни задачи за интерпретация на ИЧ спектри	Интернет и печатна версия, променяни всяка година	2006 - 2012
Спасов Ст., Арнаудов М.	Приложение на спектроскопията в органичната химия	Изд. "Наука и изкуство", София	1978
Спасов Ст., Каменов Л.	Ядрен магнитен резонанс в органичната химия	Изд. "Наука и изкуство", София	1973

Планирани учебни дейности и методи на преподаване

Всяка тема от програмата се поднася като мултимедийна презентация, в която са дадени главно схеми, чертежи и основните уравнения, както и снимков материал. Чрез мултимедийната презентация се прожектират и няколко филма, които илюстрират трептенията в молекулите и различните техники на измерване. Самата презентация и отделните филми (свободно разпространявани по YouTube) са достъпни за студентите от Интернет страницата на лектора <http://web.uni-plovdiv.bg/plamenpenchev>.

Допълнително в лекциите се извеждат от преподавателя на дъската някои от основните уравнения, за да се покаже на студентите физическия смисъл на нормалните трептения, приведената маса, вибрационните и ротационни нива, химическото отместване и константата на спин-спиново взаимодействие. Също така на лекции се извършват изчисления от преподавателя, които засягат населеността на нивата, различните превръщания между физичните величини и сравняване на честотите на нормалните трептения. За тези изчисления се използва калкулатора на Windows и тяхното извършване се прожектира чрез мултимедиен проектор.

На студентите са дават примерни колоквиуми, които са ксерокс-копие от колоквиумите на отличници от предишни години. Всяка година материалът в колоквиума от крайния изпит се променя и осъвременява.

Лекциите са придружени и с практически курс, който се състои от упражнения, провеждани в обзаведени за целта две учебни лаборатории. Упражненията са задължителни. Занятията включват:

- подробен инструктаж за правилата за безопасност в химична лаборатория и при работа с различните спектрални апарати – студентите се подписват в специална тетрадка, че са преминали инструктажа
 - решаване на изчислителни задачи
 - интерпретация на ИЧ и Раман спектри
 - отнасяне на ивиците (сигналите) на ИЧ (протонни ЯМР) спектри
 - приготвяне на проби за ИЧ и Раман спектрални измервания
 - измерване на ИЧ и Раман спектри
 - интерпретация на протонни ЯМР спектри
 - съвместна интерпретация на ИЧ и протонни ЯМР спектри
- В рамките на курса има планирана самостоятелна курсова работа.

Методи и критерии на оценяване

Изпитването по дисциплината се състои от провеждане на краен изпит по време на изпитната сесия във вид на колоквиум. За целта всеки студент получава лист със задачи, които решава и резултатите се записват в листа със задачи. Студентът има право да използва всички учебни материали, отбелязани в литературата по дисциплината, и единствено своята тетрадка без никакви “хвърчащи” листове. Оценка под 2.99 се закръглява на 2.00. Оценка от колоквиума се изчислява до стотни от съответните точки по линейна формула и се взема с тегло при формиране на крайната оценка.

Оценяване:

Крайната оценка по дисциплината се формира като средно геометрично (което наказва по-силно най-слабата оценка, сравнено със средно аритметичното). Оценката се изчислява по следната формула от текущата оценка, TO , и от оценката на колоквиума, Ko :

$$Оценка = 1 / (0.40 / TO + 0.60 / Ko)$$

Всички писмени работи (от колоквиума и курсовата работа), заедно с тетрадката за присъствие и текущата оценка на студентите се съхраняват в продължение на 3 години от датата на провеждане на семестриалния изпит.

Език на преподаване

Български

Изготвил описанието

Доц. д-р Пламен Николов Пенчев