

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ

Державна наукова установа «Науково-технологічний комплекс

«Інститут монокристалів» НАН України»

“ЗАТВЕРДЖУЮ”

Генеральный директор

академік НАН України

В. П. Семиноженко

«06» липня 2021 р.

Робоча програма навчальної дисципліни

Сучасні методи синтезу та аналізу

(назва навчальної дисципліни)

третій (освітньо-науковий) рівень

галузь знань 10 – природничі науки

напрям підготовки – 102 – хімія

Харків 2022

Програму рекомендовано до затвердження Вченою радою НТК ІМК НАНУ

« 06 » липня 2021 року, протокол № 7

РОЗРОБНИКИ ПРОГРАМИ:

доктор хімічних наук, професор, член-кореспондент НАН України Чебанов Валентин Анатолійович

кандидат хімічних наук, старший дослідник Бєліков Костянтин Миколайович.

Гарант освітньо-наукової програми «Хімія»  д.х.н., проф. С.М. Десенко

ВСТУП

Програма навчальної дисципліни “Сучасні методи синтезу та аналізу” складена відповідно до освітньо-наукової програми підготовки третього рівня
(назва рівня вищої освіти, освітньо-кваліфікаційного рівня)

1. Опис навчальної дисципліни

1.1. Метою викладання навчальної дисципліни є сформувати знання аспірантів щодо сучасних методів синтезу та дослідження складу, які використовуються в неорганічній, органічній та медичній хімії і матеріалознавстві, навчити практично використовувати основні з них.

1.2. Основними завданнями вивчення дисципліни є:

- надати поглиблені знання щодо основних сучасних методів хімічного синтезу та хімічного аналізу, які мають значення для сталого розвитку науки, техніки та суспільства;
- познайомити аспірантів із сучасним синтетичним та аналітичним обладнанням та принципами його роботи;
- надати практичні навички шляхом виконання лабораторних робіт.

1.3. Кількість кредитів 9

1.4. Загальна кількість годин 270

1.5. Характеристика навчальної дисципліни

Нормативна дисципліна

Денна форма навчання

Рік підготовки

2-й

Семестр

3-й

4-й

Лекції

30 год.

30 год.

Практичні, семінарські заняття

10 год.

10 год.

Самостійна робота

95 год.

95 год.

1.6. Заплановані результати навчання

знати: основні сучасні синтетичні методи, нові підходи до хімічних процесів, принципи «зеленої хімії», основи некласичних методів активації хімічних процесів, включаючи мікрохвильову, ультразвукову, фотохімічну та механохімічну активацію, мікрореактори, проточні реактори, тощо; принципи сучасних методів дослідження складу речовини.

вміти: володіти концепціями синтетичної хімії, з використанням сучасних підходів розв'язувати конкретні синтетичні задачі та планувати проведення синтезу, вибирати необхідні реакційні умови та параметри, практично використовувати мікрохвильові та ультразвукові реактори для одержання органічних та неорганічних сполук, правильно обирати, виходячи з природи речовини, методи дослідження її властивостей та складу.

2. Тематичний план навчальної дисципліни

Розділ 1. Лекції

Тема 1. Огляд основних сучасних напрямків в хімії. Поняття «зелена хімія» та її основні концепції. Нові підходи та вимоги до хімічних процесів з точки зору зеленої хімії та сталого розвитку.

Тема 2. Екологічно чисті технології. Оцінка хімічних реакцій і процесів з точки зору зеленої хімії (кількісні критерії, Е-фактор, атомна та стадійна ефективність, тощо).

Тема 3. Мікрохвильова активація фізико-хімічних процесів. Основи взаємодії МХ випромінювання з речовиною. Моно- та багатовомодові МХ реактори. Переваги та недоліки

використання MX активації. Приклади органічних та неорганічних реакцій під дією MX випромінювання.

Тема 4. Проблема масштабування MX процесів, проточні MX реактори. Приклади використання MX технологій у промисловості.

Тема 5. Хімічні реакції під дією ультразвуку. Теорія взаємодії УЗ з речовиною. Типи УЗ реакторів. Кавітаційний та некавітаційний режими роботи УЗ реакторів. Сонохімічний зсув. Приклади використання УЗ для проведення хімічних реакцій. Комбіновані BM + УЗ реактори та приклади їх використання. Інші способи використання УЗ у хімії та матеріалознавстві.

Тема 6. Альтернативні «зелені» розчинники. Вода як розчинник. Над- та субкритичні розчинники, особливості здійснення хімічних процесів у критичних середовищах.

Тема 7. Іонні рідини. Реакції без розчинників. Реакції з використанням полімерних та інших твердих носіїв.

Тема 8. Поняття хімічного простору. Хімія молекулярного різноманіття та комбінаторна хімія. Багатокомпонентні та доміно реакції. Методи керування хімічними процесами.

Тема 9. Сучасна медична та фармацевтична хімія, хімічне матеріалознавство як фактори розвитку нових синтетичних методів у хімії.

Тема 10. Механохімічна активація, основи її використання. Приклади механохімічних реакцій в органічній та неорганічній хімії.

Тема 11. Проточні реактори та автоматизація хімічного синтезу. Мікрореактори та їх використання у лабораторії.

Тема 12. Гетерогенні та гомогенні каталітичні реакції. Селективність та специфічність хімічних реакцій. Класифікація каталітичних процесів та їх приклади, найбільш поширені типи каталізаторів.

Тема 13. Ферментативний каталіз та його використання в хімії та хімічному матеріалознавстві. Органокatalізатори та металокомплексний каталіз. Каталіз в асиметричному синтезі.

Тема 14. Супрамолекулярна хімія. Слабкі міжмолекулярні зв'язки. Основні об'єкти супрамолекулярної хімії та методи їх синтезу. Системи, що самостійно впорядковуються.

Тема 15. Нанохімія, її об'єкти та методи їх синтезу. MX реакції та наноматеріали. Заключна частина.

Розділ 2. Практичні заняття

Тема 16. Використання мономодового мікрохвильового реактору.

Тема 17. Синтез під дією ультразвукового випромінювання.

Тема 18. Мікрохвильова сушка термолабільних речовин та матеріалів.

Розділ 3. Лекції

Тема 19. Кількісні оцінки факторів розділення та концентрування. Застосування методів розділення та концентрування у сучасних технологіях. Сполучення методів розділення та концентрування з методами визначення; гіbridні методи.

Тема 20. Нові сорбційні матеріали, методи отримання та характеризації. Молекулярно- та іон-імпріントовані полімери.

Тема 21. Хімічні сенсори. Класифікація хімічних сенсорів. Біосенсори. Мас-чутливі сенсори.

Тема 22. Емісійні спектри елементів. Характеристики спектральних ліній. Атомно-емісійна спектроскопія з дуговим та іскровим збудженням. Полум'яна атомно-емісійна спектроскопія.

Тема 23. Атомно-абсорбційна спектроскопія. Правила Уолша. Види атомно-абсорбційної спектроскопії. Неселективне поглинання та методи корекції аналітичного сигналу.

Тема 24. Атомно-емісійна спектрометрія з індуктивно-зв'язаною плазмою (ICP-AES). Апаратурне забезпечення методу. Основні вузли спектрометрів та принципи їх роботи.

Тема 25. Аналітичні характеристики методу. Фактори впливу на аналітичний сигнал. Спектральні та неспектральні впливи на аналітичний сигнал. Методи їх врахування та усунення. Кількісний аналіз методом ICP-AES.

Тема 26. Рентгеноспектральні методи. Рентгенофлуоресцентний аналіз. Принципи формування та реєстрації аналітичного сигналу.

Тема 27. Апаратурне забезпечення рентгенофлуоресцентного аналізу. Принципи роботи спектрометрів з хвилевою та енергетичною дисперсією. Порівняння можливостей кристал-дифракційного та енергодисперсійного варіантів методу.

Тема 28. Кількісний рентгенофлуоресцентний аналіз. Застосування зовнішніх і внутрішніх стандартів. Фізичні моделі та рівняння зв'язку в рентгенофлуоресцентному аналізі.

Тема 29. Практичні питання застосування рентгенофлуоресцентного аналізу. Основні джерела похибок та метрологічні характеристики методик рентгенофлуоресцентного аналізу. Приклади застосування рентгенофлуоресцентного аналізу.

Тема 30. Електронна спектроскопія. Класифікація методів електронної спектроскопії. Рентгенівська фотоелектронна спектроскопія. Оже-спектроскопія.

Тема 31. Спектроскопія комбінаційного розсіювання. Емпіричні закони розсіювання світла. Методи підвищення чутливості.

Тема 32. Люмінесцентний аналіз. Теорія молекулярної люмінесценції. Люмінесцентний аналіз органічних та неорганічних сполук.

Тема 33. Принципи вибору методу досліджень. Заключна частина.

Розділ 4. Практичні заняття

Тема 34. Якісний аналіз неорганічних матеріалів за допомогою рентгенофлуоресцентної спектрометрії.

Тема 35. Мікрохвильове розкладання зразків органічної та неорганічної природи.

Тема 36. Принципи обробки багатокомпонентних емісійних спектрів, отриманих на ICP-AES спектрометрі з Ешелле оптикою.

3. Структура навчальної дисципліни

Назви розділів і тем	усього	Кількість годин		
		У тому числі		
		лекції	практичні заняття	самостійна робота
Розділ 1. Лекції				
Тема 1	6	2		4
Тема 2	6	2		4
Тема 3	6	2		4
Тема 4	6	2		4
Тема 5	6	2		4
Тема 6	6	2		4
Тема 7	6	2		4
Тема 8	6	2		4
Тема 9	6	2		4
Тема 10	6	2		4
Тема 11	6	2		4
Тема 12	6	2		4
Тема 13	6	2		4
Тема 14	6	2		4
Тема 15	6	2		4
Разом за розділом	90	30		60
Розділ 2. Практичні заняття				
Тема 16	13		3	10
Тема 17	13		3	10
Тема 18	19		4	15

Разом за розділом	45		10	35
Розділ 3. Лекції				
Тема 19	6	2		4
Тема 20	6	2		4
Тема 21	6	2		4
Тема 22	6	2		4
Тема 23	6	2		4
Тема 24	6	2		4
Тема 25	6	2		4
Тема 26	6	2		4
Тема 27	6	2		4
Тема 28	6	2		4
Тема 29	6	2		4
Тема 30	6	2		4
Тема 31	6	2		4
Тема 32	6	2		4
Тема 33	6	2		4
Разом за розділом	90	30		60
Розділ 4. Практичні заняття				
Тема 34	14		4	10
Тема 35	13		3	10
Тема 36	18		3	15
Разом за розділом	45		10	35
Усього годин	270	60	20	190

3. Завдання для самостійної роботи

№ з/п	Вид, зміст самостійної роботи	Кількість годин
1	Тема 1. Отримати знання щодо сучасних промислових технологій	4
2	Тема 2. Отримати знання щодо прикладів використання відновлювальних джерел сировини та енергії для потреб хімічної промисловості	4
3	Тема 3. Отримати знання про фізико-хімічні процеси, що проходять під дією МХ активації	4
4	Тема 4. Отримати знання про використання МХ активації в промислових масштабах для проведення хімічних та фізико-хімічних процесів	4
5	Тема 5. Отримати знання про ефект кавітації за межами сонохімії	4
6	Тема 6. Отримати знання про хімічні промислові процеси в газовій фазі	4
7	Тема 7. Отримати знання щодо хімії привитих поверхонь	4
8	Тема 8. Отримати знання щодо перебігу основних типів каскадних органічних реакцій	4
9	Тема 9. Отримати знання щодо принципів молекулярного докінгу і скринінгу	4
10	Тема 10. Отримати знання щодо основних типів механохімічного обладнання	4
11	Тема 11. Отримати знання про автоматизацію хімічних процесів у проточних реакторах та мікрореакторах	4
12	Тема 12.Отримати знання щодо міжфазного каталізу	4

13	Тема 13. Отримати знання щодо використання біокatalітичних процесів в промисловості та біотехнологіях	4
14	Тема 14. Отримати знання щодо використання супрамолекулярних контейнерів у медичній хімії	4
15	Тема 15. Отримати знання про основні методи синтезу структур типу ядро/оболонка	4
16	Тема 16. Отримати знання щодо використання мономодових мікрохвильових реакторів для вирішення завдань фармації	10
17	Тема 17. Отримати знання про гідродинамічну активацію хімічних реакцій та фізико-хімічних процесів	10
18	Тема 18. Отримати знання про використання мікрохвильових сушарок для проведення лабораторних експериментів	15
19	Тема 19. Отримати знання про кількісні оцінки факторів розділення та концентрування, застосування методів розділення та концентрування у сучасних технологіях.	4
20	Тема 20. Отримати знання щодо принципів синтезу імпринтованих полімерів	4
21	Тема 21. Отримати знання щодо основних елементів та принципів функціонування хемо- та біосенсорів	4
22	Тема 22. Отримати знання щодо принципів атомно-емісійної спектроскопії	4
23	Тема 23. Отримати знання щодо принципів атомно-абсорбційної спектроскопії	4
24	Тема 24. Отримати знання щодо особливостей атомно-емісійної спектроскопії з індуктивно-зв'язаною плазмою	4
25	Тема 25. Отримати знання щодо використання атомно-емісійної спектроскопії з індуктивно-зв'язаною плазмою для кількісного аналізу	4
26	Тема 26. Отримати знання про фізичні основи рентгенофлуоресцентної спектроскопії	4
27	Тема 27. Отримати знання щодо апаратурного забезпечення рентгенофлуоресцентного аналізу	4
28	Тема 28. Отримати знання щодо моделей та рівнянь зв'язку аналітичного сигналу з концентрацією елементів в пробі	4
29	Тема 29. Отримати знання щодо практичного застосування рентгенофлуоресцентної спектроскопії для якісного та кількісного аналізу	4
30	Тема 30. Отримати знання про методи рентгенгенівської фотоелектронної та оже-спектроскопії	4
31	Тема 31. Отримати знання про принципи та застосування спектроскопії комбінаційного розсіювання	4
32	Тема 32. Отримати знання про механізми люмінесценції та застосування люмінесцентної спектроскопії в хімічному аналізі	4
33	Тема 34. Отримати знання про принципи проведення якісного аналізу неорганічних матеріалів за допомогою рентгенофлуоресцентної спектрометрії з дисперсією за енергією	10
34	Тема 35. Отримати знання про умови мікрохвильового розкладання зразків органічної та неорганічної природи	10
35	Тема 36. Отримати знання щодо принципів обробки багатокомпонентних емісійних спектрів, отриманих на ICP-AES спектрометрі з Ешелле оптикою	15
	Ітого	190

6. Методи контролю

Опитування, залік, екзамен.

7. Схема нарахування балів

Семестр	Поточний контроль, самостійна робота, індивідуальні завдання		Підсумковий контроль	Сума
3	Розділи 1-2: Тема 17 Тема 18 Тема 19	20 20 20	залік 40	100
4	Розділи 3-4: Тема 34 Тема 35 Тема 36	20 20 20	екзамен 40	100

1. Аспірант допускається до складання заліку або екзамену за умови виконання усіх практичних занять.
2. Екзамен або залік вважається зданим, якщо сума балів набрана при написанні заліку чи екзамену не менше, ніж 15 балів.

Шкала оцінювання

Сума балів за всі види навчальної діяльності	Чотирирівнева шкала оцінювання	Дворівнева шкала оцінювання
	Оцінка	
90 – 100	відмінно	
70-89	добре	зараховано
50-69	задовільно	
1-49	незадовільно	не зараховано

8. Рекомендоване методичне забезпечення

1. Робоча програма навчальної дисципліни.
2. Навчальні посібники, монографії, наукові статті.
3. Описи практичних занять.

Базова література

1. V. Polshettiwar, R. S. Varma Green chemistry by nano-catalysis // Green Chem., 2010, 12, 743-754
1. B.P. Mason, K.E. Price, J.L. Steinbacher, A.R. Bogdan, D.T. McQuade Greener Approaches to Organic Synthesis Using Microreactor Technology // Chem. Rev. 2007, 107, 2300-2318.
2. Microwave Heating as a Tool for Sustainable Chemistry, Ed. N. Leadbeater, CRC Press, London, 2011. 278 p.
3. Multicomponent reactions, Eds. J. Zhu, H. Bienayme, Wiley-VCH, Weinheim, 2005, 468 p.
4. M. Lancaster, GREEN CHEMISTRY: An Introductory Text, RSC, Cambridge, 2002, 310 p.
5. C.O. Kappe, A. Stadler Microwaves in Organic and Medicinal Chemistry, Wiley-VCH, Weinheim, 2005, 410 p.
6. M. Dixble, A.K. Kruthiventi, Green Chemistry and Engineering, Elsevier Science & Technology Books, 2007, 326 p.
7. F.M. Kerton. Alternative Solvents for Green Chemistry, RSC, Cambridge, 2009, 226 p.
8. P. E. Martínez, G. Cravotto, P. Cintas Organic Sonochemistry: A Chemist's Timely Perspective on Mechanisms and Reactivity // J. Org. Chem., 2021, DOI: 10.1021/acs.joc.1c00805

9. T.J. Mason, J.P. Lorimer, *Applied Sonochemistry*, Wiley-VCH, Weinheim, 2002, 239 p.
10. H.-W. Schmidt, F. Würthner A Periodic System of Supramolecular Elements // *Angew. Chem., Int. Ed.*, 2021, 59, 8766-8775
11. A. R. Bogdan, A. W. Dombrowski Emerging Trends in Flow Chemistry and Applications to the Pharmaceutical Industry // *J. Med. Chem.* 2019, 62, 6422–6468
12. T. Hoffmann, Marcus Gastreich The next level in chemical space navigation: going far beyond enumerable compound libraries // *Drug Discovery Today*, 2019, 24, 1148 - 1156
13. Купчин Н.М., Золотов Ю.А. Концентрирование следов элементов. М.: Наука, 1988.
14. Марине А. Методы концентрирования микроэлементов в неорганическом анализе. М.: Химия, 1979.
15. Маркин Л.Р., Царицина Л.Г. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии. Л.: Учпедгиз, 1991.
16. Спектроскопические методы определения следов элементов. / Под ред. Дж. Вайнфорднера. М.: Мир, 1979.
17. Йонова Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. М.: Химия, 1979.
18. Методы анализа поверхностей / Под ред. А. Зандерны. М.: Мир, 1979.
19. Аналisis поверхности методами оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. / Под ред. Й. Гартса, М.П. Сиха. М.: Мир, 1987.
20. Йонова А.П., Левшин Л.В. Химический люминесцентный анализ неорганических веществ. М.: Учпедгиз, 1973.
21. Соловьев К.П., Григорьев Н.Н. Введение в люминесцентный анализ неорганических веществ. Л.: Учпедгиз, 1967.
22. Йонова Д. Инструментальные методы химического анализа. М.: Мир, 1989.

Допоміжна література

1. D. Dallinger, and C.O. Kappe, Microwave-Assisted Synthesis in Water as Solvent // *Chem. Rev.* 2007, 107, 2563-2591
2. I. L. Hobbs, N.R. Thomas Biocatalysis in Supercritical Fluids, in Fluorous Solvents, and under Salt-Free Conditions // *Chem. Rev.* 2007, 107, 2786-2820
3. J. Dahl, B.L.S. Maddux, J.E. Hutchison Toward Greener Nanosynthesis // *Chem. Rev.* 2007, 107, 2269
4. C. Kappe, D. Dallinger, S.S. Murphree Practical Microwave Synthesis for Organic Chemists, Wiley-VCH, Weinheim, 2009, 299 p.
5. Microwaves in Organic Synthesis, Ed. A. Loupy, Wiley-VCH, Weinheim, 2006, 2 volumes.
6. Encyclopedia of Green Chemistry, Ed. P.T. Anastas, Wiley-VCH, Weinheim, volumes 1 – 6
7. J. Kunte, S. Stolte, R. Störmann, J. Arning, B. Jastorff Design of Sustainable Chemical Products. The Example of Ionic Liquids // *Chem. Rev.* 2007, 107, 2183-2206
8. Золотов Ю.А. Экстракция внутриструктурных соединений. М.: Наука, 1968.
9. Никитова Г.В., Саввин С.Б. Хелатообразующие сорбенты. М.: Наука, 1984.
10. Методика анализа высокочистых веществ / Под ред. Ю.А. Карпова. М.: Наука, 1987.
11. Йонова Д. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский анализ. М.: Мир, 1984.
12. Йонова С. Фотолюминесценция растворов. М.: Мир. 1972.
13. Йонова Н.С., Ефрюшина Н.П Определение микроколичеств лантаноидов по люминесценции кристаллофосфоров. Киев: Наукова думка. 1978.