**Analitikai és szerkezetvizsgálati specializáció**

**MSc záróvizsga**

I. Az elválasztástechnika korszerű módszerei + Mintaelőkészítés, mintavétel (ZVEVETOM222) (2. jegy)

II. Anyagtudományi analitikai vizsgálati módszerek + Szerves szerkezetfelderítés II (ZVEVETOM221) (1. jegy)

**I-1. Az elválasztástechnika korszerű módszerei**

1. Ultranagy-hatékonyságú folyadékkromatográfia (UHPLC)

Működési elve és ennek értelmezése a van Deemter-egyenlet alapján, működési paraméterek és a műszerezettségre vonatkozó speciális követelmények (pumpa, injektor, detektor, összekötő vezetékek).

2. Modern állófázisok

Héjszerkezetű, 2 µm alatti porózus, és monolit töltetek. Előnyeik és alkalmazhatóságuk (UHPLC).

3. Nagyhatékonyságú folyadékkromatográfia-tömegspektrometriás detektorral (HPLC-MS)

Alapfogalmak. Ionforrások (ESI, APCI, APPI) és analizátorok (kvadrupol, repülési idő, ioncsapda, orbitrap, FT-ICR) működési elve alkalmazási lehetőségei.

4. Folyadékkromatográfia kapcsolt tandem tömegspektrometria (HPLC-MS/MS)

Működési elv és alkalmazási terület. Triplakvadrupol analizátor(QqQ). Pásztázási módok.

5. Konvergens kromatográfia (SFC)

Elve és lényeges tulajdonságai. Az SFC alkalmazási területei.

6. Túlnyomásos rétegkromatográfia (OPLC)

Működési elve. Alkalmazott mérőrendszerek. Összehasonlítása a hagyományos vékonyréteg kromatográfiával. Preparatív és analitikai alkalmazások.

7. Gyors gázkromatográfia

Működési elv, technikai feltételek, alkalmazási lehetőségek.

8. Gázkromatográfia – tömegspektrometria (GC-MS).

GC-MS készülék felépítése, a fő egységek működési elve és szerepe, a kapcsolt technika során kinyert által biztosított analitikai információ.

9. Elektron ionizáció (EI)

Az EI ionforrás felépítése és ebben lezajló legfontosabb ionkémiai folyamatok. Az elektronenergia hatása a tömegspektrumra.

10. Tömegspektrum

 A tömegspektrum értelmezése. Izotópok szerepe tömegspektrumok értelmezésében. A tömegspektrumból kinyert analitikai információ.

11. Pásztázó (SCAN) és szelektív ionkövetéses (SIM) GC-MS mérési üzemmódok

Mérési elvek és alkalmazhatósági lehetőségek.

12. 2D kromatográfiás elválasztások

Gáz- és folyadékromatográfiás megvalósítások. Alkalmazott kapcsolások és céljuk. Alkalmazási lehetőségek/példák.

13. Centrifugális megoszlási folyadék kromatográfia (CPC). Folyadék-folyadék „kromatográfia (LLC)

Az elválasztás elve és megvalósításhoz szükséges berendezés. Analitikai és a technológiai jelentőség.

14. Királis vegyületek elválasztása

Származékképzési reakciók, királis álló- vagy mozgófázisok alkalmazása.

15. Elektroforetikus technikák

Alapfogalmak és elméleti háttér. Gélelektroforézis (Gélek, elválasztási technikák, festés/detektálás és alkalmazási lehetőségek/példák). Kapilláris elektroforézis (elválasztási technikák, detektálás, és alkalmazási lehetősége).

16. Bioanalitikai alaptechnikák

Fehérje (Enzimes és immunanalitikai alapmódszerek) és DNS (polimeráz láncreakció (PCR)) alapú módszerek.

I-2. Mintaelőkészítés, mintavétel

1. Mintaelőkészítés elemanalitikai, nyomelem analitikai vizsgálatokhoz

Oldás, kioldás, roncsolás vizes, savas közegben. Fontosabb reagens elegyek jellemzése és alkalmazása. Kioldás rázással és ultrahanggal támogatva. A minta szerves alkotóinak oxidatív lebontása: roncsolás oxidáló savakkal és hamvasztás.

2. A roncsolás korszerű berendezései

Mikrohullámú roncsolók felépítése, működése és alkalmazásai.

3. Mintavételi fogalmak, célok, alapelvek analitikai vizsgálatoknál

Statikus és dinamikus rendszerek, egydimenziós, kétdimenziós és háromdimenziós rendszerek. A fontosabb mintavételi elvek: szubjektív mintavétel, egyszerű véletlen mintavétel, rétegek szerinti véletlen mintavétel, szisztematikus mintavétel, rétegek szerinti szisztematikus mintavétel, keverék mintavétel.

4. Statisztikai mintavétel

A szükséges mintaszám becslése. Ingamells mintavételi állandó. Reprezentatív minta. Normális eloszlás, korrigált tapasztalati szórás, átlag. Konfidencia intervallum.

5. Mintavételi és mintakezelési technikák

Manuális és gépesített mintavétel. Minták csomagolása/tárolása. Mechanikus mintaelőkészítési műveletek: homogenizálás, aprítás, őrlés, a mintatömeg csökkentése, a minta osztása. A mechanikus mintaelőkészítés eszközei: aprítás, őrlés. A minták vonatkoztatási állapota. Termikus előkészítő műveletek: szárítás, izzítás. Heterogén fázisú minták előkészítése szűrési műveletek, szűrő anyagok, szűrés vákuummal és nyomással támogatva.

6. A levegőből történő mintavétel

Emisszió, immisszió, transzmisszió. Alkalmazott mértékegységek, határértékek. Példák veszélyesség szerint. Átszámítások: ppm, normálköbméter, oxigén-tartalomra történő vonatkoztatás.

7. *In-situ* módszerek a légkörszennyezők mérésekor

Folyamatos mintavétel direkt kijelzésű gázanalizátorok számára. Gázelőkészítés. Kiemelt jelentőségű légszennyezők mérése.

8. Szakaszos átszívásos mintavételi módszerek

Adszorpciós, impregnált hordozós, elnyeletéses mintavétel elve, mintavevő körök és példák.

9. Szilárd anyag mintavétel áramló gázból

Alapfogalmak (PM10, monodiszperz, polidiszperz, részecske tulajdonságok). Izokinetikus mintavétel. Pitot-cső, dinamikus nyomás, statikus nyomás. Reprezentatív mintavétel. Példák a több fázisú mintavételre.

10. Diffúziós (passzív) mintavétel

Alapfogalmak (visszadiffúzió, felvételi sebesség). Alkalmazhatóság, előnyös tulajdonságok, korlátozó tényezők. Radiális és axiális eszközök. Adszorbensek.

II-1. Anyagtudományi analitikai vizsgálati módszerek

1. Elektronmikroszkópia, elektronsugaras mikroanalízis (SEM-EDX)

SEM készülék felépítése és detektorok. SEM mintaelőkészítés és mérés menete. EDX spektroszkópia (működési elv, analitikai információ és értelmezése).

2. Fotoelektron spektroszkópia (XPS) és szekunder ion tömegspektroszkópia (SIMS)

XPS és SIMS módszerek működési elve. Mennyiségi és minőségi analízis. Alkalmazási lehetőségek/példák.

3. Részecskeméret analízis (PSA)

Szemcseméret meghatározási módszerek és összehasonlításuk. Lézerfény-szóráson alapuló szemcseméret meghatározás. Szemcseméret és eloszlása.

4. Infravörös és Raman spektroszkópia

Alapfogalmak és definíciók (spektrum, transzmittancia, abszorbancia, moláris abszorpciós tényező, hullámhossz, frekvencia, energia, hullámszám, interferogram, Fourier transzformáció (FT), rezgési esetek). Mennyiségi és minőségi elemzés. Fourier-transzformációs infravörös (FTIR) spektrométer felépítése és működése. Csillapított teljes reflexiós infravörös méréstechnika (ATR-FTIR), FTIR, NIR és Raman módszerek alapelvei, jellemző tulajdonságaik és alkalmazási lehetőségeik.

5. Röntgenanalitikai módszerek (XRD, XRF)

A röntgensugárzás anyaggal való kölcsönhatásának alapjelenségei és az ezen alapuló analitikai módszerek. A röntgendiffrakciós (XRD) módszerek elvi és gyakorlati alapjai. Egykristály- illetve por röntgen diffrakció (XRD) (molekula- és kristályszerkezeti információ, készülékek felépítése, működési elve és alkalmazási lehetőségei). Fehérjék röntgenkrisztallográfiás szerkezetmeghatározásának alapja és módszertana. Hullámhossz-, illetve energiadiszperzív XRF-spektrométerek elve, felépítése és analitikai alkalmazásai.

6. Pásztázó tűszondás módszerek (SPM)

Atomerőmikroszkópiás üzemmódok, működési elvük és szolgáltatott információ. Az alkalmazott berendezések elvi elrendezése, főbb egységei és ezek szerepe.

7. Digitális optikai mikroszkópia (DOM)

Az optikai mikroszkóp felépítése és működése. Lencsehibák az optikai mikrószkópiában. A digitális optikai mikroszkópia összehasonlítása a hagyományossal.

**II-2. Szerves szerkezetfelderítés II.**

1. Az NMR spektroszkópia elméleti alapjai

Alapfogalmak (spinkvantumszám, energiaszintek, precesszió, eredő mágnesezettség). FT technika. Pulzusok (pulzusszélesség, pulzusszög, adiabatikus pulzus). Szabad indukció lecsengés (FID) és FT. Kvadratikus detektálás. Adatfeldolgozás. Szorzófüggvények.

1. Az NMR spektroszkópia érzékenységnövelésének lehetőségei

Akkumuláció, mágneses térerősség, inverz detektálás, NMR csövek kialakítása, kriofej, dinamikus magpolarizáció (DNP).

1. Az NMR spektroszkópia alapfogalmai

NMR-aktív magok. Alapvető spektrális paraméterek. Árnyékolás, kémiai eltolódás, referencia anyag, δ-skála. A kémiai eltolódást befolyásoló tényezők, szubsztituens effektusok.

1. Az 1H és 13C-NMR-től eltérő magok NMR spektroszkópiája és gyakorlati alkalmazása.

31P, 23Na, 2H-NMR spektroszkópia. A 1H NMR alkalmazása az élelmiszeripari eredetvizsgálatban. A foszforatom(ok) jelenlétének hatása 1H és 13C-NMR spektrumokra.

1. Spin-spin csatolódás

Homonukleáris hidrogén-hidrogén csatolódások, spinrendszerek és analízisük, Karplus összefüggés, heteronukleáris hidrogén-szén csatolások.

1. Relaxáció, spin-rács relaxáció (T1), spin-spin relaxáció (T2)

Relaxációs idők mérése (inverzió visszaállás, spin visszhang), felhasználásuk a molekula mozgékonyságának tanulmányozásában.

1. Egydimenziós (1D) impulzus módszerek és alkalmazásaik.

Adiabatikus pulzus. Spin-echo, DEFT és UDEFT. Spektrum szerkesztés, spin visszhang és heteronukleáris csatolás, csatolt proton teszt (APT), polarizáció transzfer, SPI, INEPT és DEPT módszerek. Rétegszelektív gradiens technika, 2D korreláció 1 pulzusból.

1. Molekulaszerkezet és NMR spektrum kapcsolata

Enantiotóp és diasztereotóp magok. Diasztereomerek, enantiomerek megkülönböztetése. Királis felismerés.

1. Kétdimenziós (2D) módszerek és alkalmazásaik

A kétdimenziós (2D) mérés fázisai: előkészítés, kifejlődés és keveredés, detektálás. Homonukleáris korrelációk (COSY, TOCSY, NOESY, ROESY). Csatolás-felbontott 2D NMR, heteronukleáris csatolás-felbontott 13C NMR, homonukleáris csatolás-felbontott 1H NMR.

1. A NOE effektus és jelentősége a 1H és 13C NMR spektroszkópiában

Zérus és kettős kvantum-átmenetek szerepe, a Solomon egyenlet. A NOE mérése egy- és kétdimenziós kísérletekben (NOE differencia spektroszkópia, NOESY és ROESY spektrum) NOE adatok és a molekuláris modellezés kapcsolása a térszerkezet felderítésére.

1. Inverz detektálás

Hidrogéndetektált 13C NMR (HMQC, HSQC, H2BC, HMBC) és alkalmazásai.

1. NMR és konformáció kapcsolata.

Dinamikus NMR vizsgálatok, hőmérsékletfüggő mérések. Kicserélődési spektroszkópia, EXSY spektrum.

1. NMR spektrométer felépítése

Ultrashield technológia. AD konverter. Spektrális ablak, jelvisszahajtás. Szorzófüggvények, felbontásnövelés. Truncation, lineáris predikció, zéruspont feltöltés.

1. Szilárd fázisú NMR

CPMAS keresztpolarizáció és mágikus szöggel való forgatás. Polimorfia kimutatása 13C módszerrel. Egydimenziós és többdimenziós lehetőségek. Érzékenység növelés DNP felhasználásával.

1. A gradiens pulzusok alkalmazása az NMR spektroszkópiában

MRI, diffúzió állandó mérése, DOSY

1. MS szerepe a szerkezetvizsgálatban

Izotópok, pontos tömegmérés (elemi összetétel meghatározás), klaszterek, adduktok, többszörös töltésű ionok.

17. Kapcsolt technikák (GC-LC-CZE-MS), Ionmobilitás tömegspektrometria. Biológiai minták vizsgálata (proteomika, speciális ionizációs módszerek (MALDI, ESI, APPI, APCI)

18. Az elektronspin rezonancia spektroszkópia (ESR) módszer

Elméleti alapok. Vizsgálható anyagok. A mérés kivitelezése. Az ESR spektrum főbb jellemzői.

19. Optikai aktivitás/kiralitás a szerkezetvizsgálatban

Optikai forgató képesség, optikai rotációs diszperzió (ORD), cirkuláris dikroizmus: eCD és VCD. Cotton effektus. Síkban polarizált fénnyel történő UV/látható, ill. rezgési spektroszkópia. Elektronátmenet optikai aktivitásának molekulaszerkezeti feltételei, önmagában királis kromofór, akirális kromofórok csatolódása, királis perturbáció. Oktáns szabály. Királis felismerés. VCD módszer. DFT-vel számított és VCD-vel mért spektrumok összevetése.