

Міністерство освіти і науки України

Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна

Кафедра хімічного матеріалознавства

“ЗАТВЕРДЖУЮ”

Проректор з науково-педагогічної
роботи

“ _____ ” _____ 2018_ р.

Робоча програма навчальної дисципліни

СУЧАСНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТА АНАЛІЗУ МАТЕРІАЛІВ

рівень вищої освіти магістр

галузь знань 10 Природничі науки

спеціальність 102 Хімія

освітня програма освітня-професійна програма “Хімія”

вид дисципліни за вибором

факультет хімічний

2018 / 2019 навчальний рік

Програму рекомендовано до затвердження вченою радою хімічного факультету

“ 31 ” серпня 2018 року, протокол № 7

РОЗРОБНИКИ ПРОГРАМИ:

Шкумат Анатолій Петрович, канд. хімічних наук, доцент кафедри хімічного матеріалознавства;

Рошаль Олександр Давидович, канд. хімічних наук, доцент кафедри хімічного матеріалознавства

Програму схвалено на засіданні кафедри хімічного матеріалознавства

Протокол від “31 ” серпня 2018 року № 1

Завідувач кафедри хімічного матеріалознавства

_____ Коробов О.І.
(підпис) (прізвище та ініціали)

Програму погоджено методичною комісією хімічного факультету

Протокол від “ 31 ” серпня 2018 року № 1

Голова методичної комісії хімічного факультету

_____ Єфімов П.В.
(підпис) (прізвище та ініціали)

ВСТУП

Програма навчальної дисципліни «Сучасні методи дослідження та аналізу матеріалів» складена відповідно до освітньо-професійної (освітньо-наукової) програми підготовки другого рівня вищої освіти – магістр _____

(назва рівня вищої освіти, освітньо-кваліфікаційного рівня)

спеціальності (напрямку) 102 – хімія

спеціалізації _____

1. Опис навчальної дисципліни

1.1. Мета викладання навчальної дисципліни

Метою викладання навчальної дисципліни – спецкурсу «Сучасні методи дослідження та аналізу матеріалів» є вивчення основних тенденцій сучасного розвитку фізичних та фізико-хімічних методів визначення структури речовин та їх застосування в хімічному матеріалознавстві, основних принципів встановлення структури молекул з використанням електронної спектроскопії, інфрачервоної спектроскопії, ядерного магнітного резонансу тощо.

Глибокі знання методів дослідження та аналізу (за допомогою сучасних спектральних приладів) органічних речовин, полімерних та інших, в першу чергу, функціональних матеріалів, які реально використовуються в науковій, технологічній і повсякденній діяльності людини, дозволяють знаходити та коректно встановлювати залежність між фізичними (в першу чергу спектральними) і хімічними властивостями та структурою молекул речовин, ефективно вирішувати прикладні задачі.

1.2. Основні завдання вивчення дисципліни

Надати та розвинути теоретичні уявлення та сформувати тверді практичні навички з фізичних методів дослідження, які використовуються під час дослідження хімічних матеріалів. Надати можливість відповідного тренування візуального сприйняття і інтерпретації даних досліджень, оцінки їх якості, розвитку елементів зорової пам'яті.

Поглиблене вивчення специфічних прийомів і комплексного їх використання під час дослідження органічних речовин різних класів, які реально використовуються в найрізноманітніших сферах діяльності людей, формування практичних навичок і вмінь проведення складних фізико-хімічних досліджень хімічних сполук.

1.3. Кількість кредитів - 7

1.4. Загальна кількість годин – 210

1.5. Характеристика навчальної дисципліни

Нормативна / за вибором	
Денна форма навчання	Заочна (дистанційна) форма навчання
Рік підготовки	
1-й	1-й
Семестр	
1-й	1-й
Лекції	
16 год.	10 год.
Лабораторні заняття	
48 год.	10 год.
Самостійна робота	
146 год.	190 год.
Індивідуальні завдання	
не передбачено	не передбачено

1.6. Заплановані результати навчання

В результаті проходження спецкурсу «Сучасні методи дослідження та аналізу матеріалів» студент повинен набути такі практичні навички, уміння, універсальні та професійні компетенції:

знати:

- засади фізичних та фізико-хімічних методів визначення структури молекул і комплексного їх використання;
- правила повірки, юстування і налаштування фотоколориметрів і спектрофотометрів;
- сучасні методи аналізу і обробки експериментальних результатів та вміння візуально сприймати і інтерпретувати дані досліджень, оцінювати їх якість;
- знати основні тенденції сучасного розвитку фізичних та фізико-хімічних методів визначення структури речовин і їх використання в хімічному матеріалознавстві
- сучасні методи дослідження та аналізу чистих органічних речовин, полімерних та інших функціональних матеріалів, які реально використовуються в найрізноманітніших сферах діяльності людей та вміння проводити такі дослідження

мати:

- уявлення про умови виникнення спектрів поглинання та освоїти методи аналізу електронних| спектрів поглинання;
- чітке уявлення про призначення, фізичний принцип роботи і особливості застосування спектральних приладів, їх функціональні можливості;
- сучасні уявлення про можливості електронної спектроскопії під час наукових досліджень хімічних сполук і матеріалів у навчальних|, наукових|, експертних| дослідженнях та хімічному матеріалознавстві;

уміти:

- самостійно проводити вимірювання, запис спектрів і складання звіту, наукової доповіді і т. п., захищати результати своїх досліджень;
- оцінити надійність своїх вимірювань, правильно представити результат, враховуючи систематичні (методичні, інструментальні та індивідуальні), випадкові та грубі похибки;
- оформити отримані результати за правилами оформлення наукових досліджень та за результатами власних досліджень формулювати оцінки проведених досліджень (учбові, наукові, експертні);
- проводити самостійні дослідження з так званим «відкритим кінцем», тобто після виконання стандартних завдань змінити хід спостереження, скласти методичку для аналогічного дослідження інших сполук|, матеріалів і т. д., демонструвати здатність породжувати нові ідеї, самостійно ставити конкретні завдання наукових досліджень в області хімії та вирішувати їх за допомогою сучасної апаратури, устаткування, інформаційних технологій з використанням новітнього вітчизняного і зарубіжного досвіду.

2. Тематичний план навчальної дисципліни

Розділ 1 . Організація роботи сучасної лабораторії з дослідження матеріалів

Тема 1. Планування, підготовка і проведення хімічних, фізико-хімічних та фізичних досліджень матеріалів.

Основні засади фізичних та фізико-хімічних методів визначення структури молекул і комплексного їх використання.

Тема 2. Спектральні прилади і устаткування.

Призначення, фізичний принцип роботи і особливості застосування спектральних приладів, їх функціональні можливості. Оптичні схеми сучасних фотоколориметрів та спектрофотометрів. Правила повірки, юстування і налаштування фотоколориметрів і спектрофотометрів. Надійність вимірювань, представлення результатів, систематичні (методичні,

інструментальні та індивідуальні), випадкові та грубі похибки. Техніка безпеки в спектральній лабораторії.

Розділ 2. Стратегія проведення фізичних, фізико-хімічних та хімічних досліджень матеріалів

Тема 1. Електронні спектри

Походження електронних спектрів. Достатні умови спостереження електронних спектрів і способи зображення електронних спектрів. Структура органічних молекул та електронні спектри. Хромофори та ауксохроми. Форма смуг поглинання, батохромне та гіпсохромне зміщення смуг поглинання, інтенсивність поглинання. Характеристика вибіркового поглинання різних структурних елементів органічних молекул. Загальна характеристика спектрофотометрів та спектрометрів.

Тема 2. Спектри люмінесценції

Випромінювальні переходи. Флуоресценція. Внутрішня конверсія. Правило Стокса. Фосфоресценція. Інтеркомбінаційний перехід. Хімічні шляхи дезактивації. Внутрішньомолекулярні перегрупування, фото-ізомеризація. Термолюмінесценція, триболюмінесценція, радіолюмінесценція, хемілюмінесценція, електрохемілюмінесценція та ін.

Тема 3. Інфрачервоні спектри

Природа коливальних спектрів. Поняття про валентні та деформаційні коливання. Теорія коливальних спектрів: коливання гармонічного осцилятора; фундаментальні переходи в коливальних спектрах хімічних сполук; нормальні коливання; силова стала, співвідношення між силовою сталою, довжиною та кратністю зв'язку; ймовірність переходів в ІЧС та інтенсивність смуг в ІЧ-спектрах; характеристичність коливань молекул за частотою, формою та інтенсивністю. Залежність коливальних спектрів від хімічної будови молекул. Вибір оптимальних умов реєстрації ІЧ спектрів. Найбільш поширені недоліки інфрачервоних спектрограм. Найважливіші характеристичні смуги поглинання в області основних частот коливань органічних молекул. Проведення структурного аналізу за ІЧ спектрами. Залежність коливальних спектрів від хімічної будови молекул полімерів.

Тема 4. Спектри протонного магнітного резонансу

Хімічний зсув та його вимірювання. Константи спин-спінової взаємодії. Класифікація спектрів ПМР. Залежність спектрів ПМР від умов реєстрації. Загальні рекомендації з аналізу спектрів ПМР під час структурного аналізу.

Місце ядерного магнітного резонансу та електронного парамагнітного резонансу в дослідженні полімерів. Опис поведінки ядер речовини в магнітному полі. Форма ліній поглинання. Спектри ЯМР та будова молекул. ЯМР-спектроскопія широких ліній. Тонка структура ЯМР-спектрів. ЯМР-спектроскопія високої роздільної здатності.

Тема 5. Спектри ядерного магнітного резонансу ¹³C

Умови реєстрації спектрів ЯМР ¹³C. Рекомендації з розшифровки спектрів ЯМР ¹³C .

Тема 6 Мас-спектрометрія

Принцип утворення мас-спектрів. Загальна характеристика приладів, які використовуються для реєстрації мас-спектрів. Вибір оптимальних умов запису мас-спектрів. Загальні закономірності фрагментації органічних молекул під час електронного удару. Інтерпретація мас-спектрів під час структурного аналізу

3. Структура навчальної дисципліни

1	Денна форма						Заочна форма					
	Усього	у тому числі					Усього	у тому числі				
		л	п	лаб	інд	ср		л	п	лаб	інд	ср
2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	
<i>Розділ 1 . Організація роботи сучасної лабораторії з дослідження матеріалів</i>												
<i>Тема 1</i>	0,5	0,5					0,5	0,5				
<i>Тема 2</i>	6,5	2,5				4	0,5	0,5				
Разом за розділ 1	7	3				4	1	1				
<i>Розділ 2. Стратегія проведення фізичних, фізико-хімічних та хімічних досліджень матеріалів</i>												
<i>Тема 1</i>	43	5		8		30	47	3		4	40	
<i>Тема 2</i>	32	4		8		20	33	3			30	
<i>Тема 3</i>	41	1		10		30	45	1		4	40	
<i>Тема 4</i>	31	1		10		20	31	1			30	
<i>Тема 5</i>	23	1		2		20	30,5	0,5			30	
<i>Тема 6</i>	23	1		2		20	15,5	0,5			15	
<i>Тема 1 – 6 Комплексне завдання</i>	11	1		8		2	7			2	5	
Разом за розділ 2	203	13		48		142	209	9		10	190	
Усього годин	210	16		48		146	210	10		10	190	

4. Теми лабораторних занять

№ з/п	Назва теми	Кількість годин	
		Ден.	Заоч.
1	Спектральні прилади і устаткування. Призначення, фізичний принцип роботи і особливості застосування спектральних приладів, їх функціональні можливості. Оптичні схеми сучасних фотоколориметрів та спектрофотометрів. Правила повірки, юстування і налаштування фотоколориметрів і спектрофотометрів.	4	4
2	Робота з фотометричним обладнанням: реєстрація і обробка спектрів поглинання. Достатні умови спостереження електронних спектрів і способи зображення електронних спектрів.	4	
3	Спектральні прилади та устаткування для реєстрації спектрів випромінювання (флуоресценція, фосфоресценція). Правила роботи на флуорометрах. Реєстрація і обробка спектрів	4	

	флуоресценції та флуоресценції.		
4	Отримання та обробка спектрів збудження флуоресценції та синхронних спектрів. Розрахунки експериментальних величин, що характеризують молекули у збудженому стані: енергія 0-0 переходу, Стоксів зсув, квантовий вихід тощо.	4	

№ з/п	Назва теми	Кількість годин	
		Ден.	Заоч.
7	Визначення вмісту металів із використанням реакцій комплексоутворення	4	
8	Харчові барвники в продуктах харчування та лікарських засобах – виявлення та встановлення концентрації	4	
9	Інфрачервона спектроскопія	10	4
10	Спектроскопія ядерного магнітного резонансу	12	
11	Мас-спектрометрія	2	
12	Комплексне дослідження та аналіз матеріалів.	8	2
	Разом	48	10

5. Самостійна робота

№ з/п	Назва теми	Кількість годин	
		Ден.	Заоч.
<i>Розділ 1. Організація роботи сучасної лабораторії з дослідження матеріалів</i>		4	-
<i>Розділ 2. Стратегія проведення фізичних, фізико-хімічних та хімічних досліджень матеріалів</i>			
2	<i>Тема 1. Електронні спектри</i>	30	40
3	<i>Тема 2. Спектри люмінесценції</i>	20	30
4	<i>Тема 3. Інфрачервоні спектри</i>	30	40
5	<i>Тема 4. Спектри протонного магнітного резонансу</i>	20	30
6	<i>Тема 5. Спектри ядерного магнітного резонансу ¹³C</i>	20	30
7	<i>Тема 6 Мас-спектрометрія</i>	20	15
8	<i>Тема 1 – 6. Комплексне використання спектральних даних</i>	2	5
	Разом	146	190

6. Індивідуальні завдання

Індивідуальні завдання не передбачені.

7. Методи контролю

Контроль знань - контрольна робота за лекційним курсом та поточний контроль на лабораторному практикумі, захист виконаних лабораторних робіт, іспит.

Поточний контроль знань, необхідних для успішного і **безпечного** виконання лабораторної роботи здійснюється перед кожною лабораторною роботою; **лабораторні роботи виконуються індивідуально**; захист лабораторних робіт включає оформлення звіту про виконання роботи (згідно умов практикуму).

По завершенню вивчення дисципліни складається **письмовий іспит**.

Форми поточного контролю:

а) **Контроль систематичності роботи** студентів здійснюється у формі короткотермінових (5 – 10 хвилин) письмових контрольних робіт на лабораторних

заняттях з метою активізації систематичної роботи студентів і перевірки готовності кожного студента до виконання завдань лабораторного практикуму.

б) **Контроль проходження практикуму** здійснюється у формі письмової перевірки знання теоретичного матеріалу, перевірки знання порядку виконання експерименту, правил техніки безпеки, контролю за виконанням роботи та перевірки оформлення звітів в лабораторному журналі.

в) **Умовою допуску до іспиту** є виконання і захист усіх запланованих лабораторних робіт, успішне проходження тестування (проходження поточного контролю) протягом усього терміну виконання спецпрактикуму.

Зміст, об'єм практичних занять та оцінювання звітності:

1. Дослідження електронних спектрів поглинання і люмінесценції (перевірка працездатності приладів, дослідження спектрів речовин, що знаходяться у рідкому, склоподібному станах та у плівках, аналіз спектральних кривих).

Спектральні прилади і устаткування. Призначення, фізичний принцип роботи і особливості застосування спектральних приладів, їх функціональні можливості. Оптичні схеми сучасних фотоколориметрів та спектрофотометрів. Правила повірки, юстування і налаштування фотоколориметрів і спектрофотометрів.	3 бала
Робота з фотометричним обладнанням: реєстрація і обробка спектрів поглинання. Достатні умови спостереження електронних спектрів і способи зображення електронних спектрів.	3 бала
Спектральні прилади та устаткування для реєстрації спектрів випромінення (флуоресценція, фосфоресценція). Правила роботи на флуорометрах. Реєстрація і обробка спектрів флуоресценції та фосфоресценції.	3 бала
Отримання та обробка спектрів збудження флуоресценції та синхронних спектрів. Розрахунки експериментальних величин, що характеризують молекули у збудженому стані: енергія 0-0 переходу, Стоксів зсув, квантовий вихід тощо.	3 бала
Використання спектрів поглинання та випромінення для структурної ідентифікації функціональних матеріалів	3 бала
Математичний аналіз структури спектрів поглинання та випромінювання органічних і неорганічних речовин	3 бала
Визначення вмісту металів із використанням реакцій комплексоутворення	3 бала
Харчові барвники в продуктах харчування та лікарських засобах – виявлення та встановлення концентрації	3 бала

- **24 балів**

2. Дослідження інфрачервоних спектрів поглинання (речовин, що знаходяться у газоподібному, рідкому та твердому стані, плівкових полімерних матеріалів, аналіз спектральних кривих тощо)

- **10 балів**

3. Спектроскопія ядерного магнітного резонансу (аналіз спектрів ПМР та ЯМР ¹³C)

- **10 балів**

4. Комплексне дослідження та аналіз матеріалів (з використанням усіх доступних методів дослідження матеріалів)

- **16 балів**

По закінченню курсу проводиться **письмовий іспит** - **40 балів**.

8. Розподіл балів, які отримують студенти

(Шкала оцінювання)

Поточний контроль					Екзамен	Сума
ЕС	ІЧ	ЯМР	Компл.	Разом		

			Завд.			
24	10	10	16	60	40	100

#**Мінімальний бал**, отриманий студентом на іспиті, має бути **не менше 20 балів**.

Залежно від загального підсумкового балу встановлюються наступні критерії оцінювання:

Шкала оцінювання

Сума балів за всі види навчальної діяльності протягом семестру	Оцінка для чотирирівневої шкали оцінювання
90 – 100	відмінно
70-89	добре
50-69	задовільно
1-49	незадовільно

9. Рекомендована література

Базова

1. Драго Р. Физические методы в химии. Т. 1 - М.: Мир, 1981 – 424с.
2. Смит А. Прикладная ИК-спектроскопия. – М.: Мир, 1982, 328с.
3. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа. М.: Мир, 1989. – 608с.
4. Сильверстейн Р., Басслер Г., Моррил Т. Спектрометрическая идентификация органических соединений. М.: Мир, 1977. – 592с.
5. Инструментальные методы анализа функциональных групп органических соединений/ Под ред. С. Сиггиа. – М.: Мир, 1974. -464с.
6. Вилков Л.В., Пентин Ю.А. Физические методы исследования в химии. Структурные методы и оптическая спектроскопия. М.: Мир, 1987. -368с.
7. Иоффе Б.В., Костиков Р.Р., Разин В.В. Физические методы определения строения органических соединений. – М.: Высш. шк., 1984. – 336с.
8. Лебедев В.В. Техника оптической спектроскопии. М: Изд. МГУ, 1986. – 352с.
9. Бенуэлл К. Основы молекулярной спектроскопии.- М.: Мир, 1985. – 386с.
10. Свердлова О.В. Электронные спектры в органической химии. Л.: Химия, 1985. – 248с.
11. Берштейн И.Я., Каминский Ю.Л. Спектрофотометрический анализ в органической химии. Л.: Химия, 1986. – 200с.
12. Зайдель А.Н., Островская Г.В., Островский Ю.И. Техника и практика спектроскопии. М.: Наука, 1976. – 392с.
13. Бахшиев Н.Г. Введение в молекулярную спектроскопию. – Л.: Изд-во Ленинградского ун-та, 1974, 182с.
14. Толмачев В.Н. Электронные спектры поглощения органических соединений и их измерение. Харьков: Вища школа, 1974. – 160с.
15. Золотов Ю.А., Дорохова Е.Н., Фадеева В.И. и др. Основы аналитической химии. В 2-х кн. /Под ред. Акад. Ю.А.Золотова – Кн. 2. Методы химического анализа. М.: Высшая школа, 2002. – 495с.
16. Пентин Ю. А. Основы молекулярной спектроскопии – М. : Мир, 2008. – 400 с.
17. Васильев В. П. Аналитическая химия. Часть 2. Физико-химические методы анализа М.: Высш. шк., 1989, 320 с.
18. Вязьмин С. Ю., Рябухин Д. С., Васильев А. В. Электронная спектроскопия соединений. Учебное пособие для студентов химических и химико-

- технологических специальностей высших учебных заведений СПб.: СПбГЛТА, 2011, 43 с.
19. Лёвшин Л.В., Салецкий А.М. Люминесценция и ее измерение. – М.: Изд-во МГУ, 1989. – 272с.
 20. Лакович Дж. Основы флуоресцентной спектроскопии. – М.: Мир, 1986. – 496с.
 21. Красовицкий Б.М., Болотин Б.М. Органические люминофоры. – М.: Химия, 1984. – 336с.
 22. Лазеры на красителях. / Под ред. Ф.П.Шефера. - М.: Мир, 1976. – 330с.
 23. Наканиси К. Инфракрасные спектры и строение органических соединений. М.: Мир, 1965. – 216с.
 24. Беллами Л. Инфракрасные спектры сложных молекул. – М.: ИЛ, 1963, 590с.
 25. Беллами Л. Новые данные по ИК-спектрам сложных молекул. – М.: Мир, 1971, 318с
 26. Инфракрасная спектроскопия полимеров. - М.: Химия, 1978. - 472с.
 27. Казицина Л.А., Калявин В.А. Задачник по спектрохимической идентификации органических соединений / МГУ, хим. фак. – М.: Моск. ун-т, 1991. – 136с.
 28. Шкумат А. П. Електронна спектроскопія в хімічних дослідженнях та в хімічному матеріалознавстві. Лабораторний практикум : навчальний посібник / А. П. Шкумат. – Х. : ХНУ імені В. Н. Каразіна, 2015. – 168с., іл. 8

