

Міністерство освіти і науки України

Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна

Кафедра хімічного матеріалознавства

“ЗАТВЕРДЖУЮ”

Перший проректор

“ _____ ” _____ 20__ р.

Програма навчальної дисципліни

Сучасні методи дослідження та аналізу матеріалів

напрямок _____ 040101 "Хімія" _____

спеціальність _____ 8.04010101 „Хімія” _____

факультет _____ хімічний _____

Харків – 2015/16 навчальний рік

Програму рекомендовано до затвердження
Вченою радою хімічного факультету 27 серпня 2015 року, протокол № 7,
зі змінами та доповненням від 25 вересня 2015 року, протокол № 8

Розробник 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 № 1 від 26 серпня 2015 року

Зі змінами та доповненнями схвалено на засіданні кафедри хімічного матеріалознавства;
протокол № 2 від 21 вересня 2015 року,

В.о. завідувача кафедри хімічного матеріалознавства

_____ Холін Ю.В.
(підпис) (прізвище та ініціали)

Програму погоджено методичною комісією хімічного факультету

Протокол від “ 24 ” вересня 2015 року № 2

Голова методичної комісії хімічного факультету

_____ Юрченко О.І.
(підпис)

ВСТУП

Програма навчальної дисципліни «Сучасні методи дослідження та аналізу матеріалів» складена відповідно до освітньо-професійної (освітньо-наукової) програми

підготовки другого рівня вищої освіти – спеціаліст, магістр

напряму 040101 – хімія

спеціальності 7.04010101 – хімія, 8.04010101 – хімія

Програма навчальної дисципліни складається з таких розділів:

1. Мета та завдання навчальної дисципліни.
2. Опис навчальної дисципліни.
3. Виклад змісту навчальної дисципліни.
4. Структура навчальної дисципліни.
5. Теми лабораторних занять.
6. Самостійна робота.
7. Індивідуальні завдання.
8. Методи навчання.
9. Методи контролю.
10. Розподіл балів, які отримують студенти.
11. Методичне забезпечення.

Предметом 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. Мета та завдання навчальної дисципліни

1.1 Метою викладання навчальної дисципліни є 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.

1.2 Основними завданнями вивчення дисципліни є 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.

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 фотоколоримерів 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 методику 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. Опис навчальної дисципліни

Найменування показників	Галузь знань, напрям підготовки, освітньо-кваліфікаційний рівень	Характеристика навчальної дисципліни	
Кількість кредитів 7	Галузь знань 0401 "Природничі науки"	Денна форма навчання за вибором	Заочна форма навчання за вибором
	Напрямок підготовки 040101 – хімія спеціальності: 7.04010101 – хімія та 8.04010101 – хімія	Рік підготовки: V-й	Рік підготовки: V-й
Загальна кількість годин -210		Семестр 9-й	Семестр 9-й
Тижневих годин для денної форми навчання: аудиторних – 4 самостійної роботи студента – 7,7	Освітньо-кваліфікаційний рівень: магістр, спеціаліст	Лекції 18 год.	Лекції 12 год.
		Практичні, семінарські – немає	Практичні, семінарські – немає
		Лабораторні 54 год.	Лабораторні 12 год.
		Самостійна робота 138 - год.	Самостійна робота 188- год.
		Вид контролю: іспит	Вид контролю: іспит

Співвідношення кількості годин аудиторних занять до самостійної і індивідуальної роботи становить (%):

для денної форми навчання – 52%

для заочної форми навчання – 25%

1. Виклад змісту 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, спектрофотометрів, спектрофлуориметрів, ІЧ спектрометрів тощо.

Спектральне устаткування для фотометрії. Основні компоненти і оптичні схеми фотометрів - джерела світла, монохроматори, реєстратори світла. Вимірювання спектрів поглинання. Перевірка закону Ламберта-Бугера-Бера. Визначення молярних коефіцієнтів екстинкції. Визначення параметрів смуг поглинання. Розрахунок сил осциляторів електронних переходів.

Спектральне устаткування для флуориметрії. Оптичні схеми і основні компоненти флуориметрів - джерела світла, монохроматори, реєстратори світла. Вимірювання спектрів. Вимірювання квантового виходу. Сольватофлуорохромні ефекти.

Правила повірки, юстування і налаштування спектральних приладів. 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. Молекули в основному та збудженому станах. Електронне збудження. Джерела енергії збудження: електро- і фотозбудження. Перенос енергії. Закон Штарка-Ейнштейна. Правила Франка-Кондона. Правила відбору. Сила осцилятора.

Достатні умови спостереження електронних спектрів і способи зображення електронних спектрів. Спектр поглинання. Шкали. Смуги поглинання. Характеристики смуг поглинання. Безвипромінювальні процеси у збудженому стані. Коливальна релаксація. Внутрішня конверсія. Правило "1,5 eV". Правило Каші. Інтеркомбінаційна конверсія. Спін-орбітальна взаємодія. Швидкість інтеркомбінаційної конверсії. Діаграма Яблонського.

Структура органічних молекул та електронні спектри. Типи електронних переходів. Хромофори та ауксохроми. Характеристика вибіркового поглинання різних структурних елементів органічних молекул. Форма смуг поглинання, батохромне та гіпсхромне зміщення смуг поглинання, інтенсивність поглинання.

Тема 2. Спектри люмінесценції. Випромінювальні переходи. Флуоресценція. Внутрішня конверсія. Спектр збудження флуоресценції. Застосування спектрів збудження флуоресценції. Енергії 0-0 переходів. Стоксові зрушення флуоресценції. Правило Стокса.

Фосфоресценція. Інтеркомбінаційний перехід. Спектри флуоресценції та фосфоресценції. Відмінності між спектрами флуоресценції і фосфоресценції. Принцип Каші. Двосмугові спектри флуоресценції. Правила дзеркальної симетрії. Вимір параметрів флуоресценції. Квантові виходи флуоресценції та фосфоресценції.

Сольватная релаксація. Сольватохромізм і сольватофлуорохромізм. Фізичні і емпіричні параметри середовища. Шкали полярностей розчинників.

Перенесення збудження між молекулами (Фотонне перенесення енергії. Практичне використання фотонного перенесення енергії).

Класифікація люмінесцентних явищ (за типом електронного стану, за механізмом збудження). Термолюмінесценція, триболюмінесценція, радіолюмінесценція, електролюмінесценція, хемілюмінесценція, електрохемілюмінесценція та ін. Електролюмінесценція органічних матеріалів.

Механізми хемілюмінесценції і біохемілюмінесценції. Використання хемілюмінесценції в біохімії, медицині, харчовій хімії і криміналістиці.

Хімічні шляхи дезактивації. Внутрішньомолекулярні перегрупування, фотоізомеризація.

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 ^{13}C

Умови реєстрації спектрів ЯМР ^{13}C . Рекомендації з розшифровки спектрів ЯМР ^{13}C .

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

Розділ 3. Лабораторні заняття

Тема 1. Електронна спектроскопія

(Лабораторні роботи №№ 1 – 10)*

Тема 2. Люмінесцентна спектроскопія

Тема 3. Інфрачервона спектроскопія

Тема 4 – 5 Спектроскопія ядерного магнітного резонансу

Тема 6 Мас-спектрометрія

Комплексне дослідження та аналіз матеріалів.

4. Структура навчальної дисципліни

	Денна форма						Заочна форма					
	Усього	у тому числі					Усього	у тому числі				
		л	п	лаб	інд	ср		л	п	лаб	інд	ср
1	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>	1	1										
<i>Тема 2</i>	6	2				4	3					3
Разом за розділ 1	7	3				4	3					3
<i>Розділ 2. Стратегія проведення фізичних, фізико-хімічних та хімічних досліджень матеріалів</i>												
<i>Тема 1</i>	53	3		20		30	35	2		4		29
<i>Тема 2</i>	24	2		2		20	32	2				30

Тема 3	35	3		12		30	42	2		4		40
Тема 4	30	3		8		20	32	2				30
Тема 5	24	2		2		20	32	2				30
Тема 6	14	2		2		10	22	2				20
Тема 1 – 6 Комплексне завдання	12			8		4	8			4		4
Разом за розділ 2	203	15		54		134	207	12		12		183
Усього годин	210	18		54		138	210	12		12		186

5. Теми лабораторних занять

№ з/п	Назва теми	Кількість годин
1	Тема 1. Електронна спектроскопія (Лабораторні роботи №№ 1 – 10)*	20
2	Тема 2. Люмінесцентна спектроскопія	2
3	Тема 3. Інфрачервона спектроскопія	12
4	Тема 4 – 5 Спектроскопія ядерного магнітного резонансу	10
5	Тема 6 Мас-спектрометрія	2
6	Комплексне дослідження та аналіз матеріалів.	8
	Разом	72

* По навчальному посібнику

6. Самостійна робота

№ з/п	Назва теми	Кількість годин
<i>Розділ 1. Організація роботи сучасної лабораторії з дослідження матеріалів</i>		
1	Тема 1–2. Організація роботи сучасної лабораторії з дослідження матеріалів	4
<i>Розділ 2. Стратегія проведення фізичних, фізико-хімічних та хімічних досліджень матеріалів</i>		
2	Тема 1. Електронні спектри	30
3	Тема 2. Спектри люмінесценції	20
4	Тема 3. Інфрачервоні спектри	30
5	Тема 4. Спектри протонного магнітного резонансу	20
6	Тема 5. Спектри ядерного магнітного резонансу ¹³ C	20
7	Тема 6 Мас-спектрометрія	10
8	Тема 1 – 6. Комплексне використання спектральних даних	4
	Разом	138

7. Індивідуальні завдання

Не передбачено навчальним планом.

8. Методи навчання

Лекції, лабораторні заняття і самостійна робота.

9. Методи контролю

Контроль знань - контрольна (тестова) 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). Загальний поточний контроль знань 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 отримання заліку є виконання і захист усіх 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, у плівках, склоподібному стані, аналіз спектральних кривих):

- Електронні спектри поглинання органічних і неорганічних речовин. Математичний аналіз структури спектрів поглинання та випромінювання органічних і неорганічних речовин. Дослідження форми спектральної кривої (використання кювет змінної товщини, похідна спектроскопія, дослідження форми спектральних кривих органічних речовин в залежності від різних агрегатних станів тощо).
- Фотометричне титрування (дослідження залежності спектру поглинання і оптичної густини фенолового червоного при 550 нм від рН), визначення константи іонізації тимолового синього спектрофотометричним методом.
- Визначення стехіометрії комплексу - Hg(II) з дифенілкарбазоном при 520 нм за методами Йоу-Джонса і Жоба.
- Титрування суміші слабких кислот - мета- і пара-нітрофенолів при 545 нм;
- Визначення вмісту металів із використанням реакцій комплексоутворення;
- Визначення вмісту кофеїну в чаї;
- Харчові барвники в продуктах харчування та лікарських засобах – виявлення та встановлення концентрації;
- Фотометричне визначення саліцилової кислоти та її похідних у лікарських препаратах;
- Спектрополяриметричне дослідження оптично активних органічних сполук.

- **15 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)

- **10 балів**

По закінченню практичних занять проводиться підсумковий письмовий іспит –

- **40 балів**

10. Розподіл балів, які отримують студенти (Шкала оцінювання)

Залежно від загального підсумкового балу встановлюються такі критерії оцінювання за європейською системою оцінювання (ECTS) та національною системою оцінювання:

Підсумкова таблиця рейтингового оцінювання

Види контролю якості навчання	Поточне оцінювання	Іспит	Сума балів
Контроль 1 (тестування за лекціями)	15	-	15
Контроль 2 (за результатами виконання лаб. робіт)	45	-	45
Іспит	-	40	40
Сума балів	60	40	100

Шкала оцінювання

Сума балів за всі види навчальної діяльності протягом семестру	Оцінка за національною шкалою
90 – 100	Відмінно
70-89	Добре
50-69	Задовільно
1-49	Незадовільно

11. Методичне забезпечення

Навчально-методичне забезпечення:

- Програма курсу: програма лекцій, програма лабораторного спецпрактикуму;
- Календарний план вивчення дисципліни;
- Підручники в ЦНБ - обмежена кількість;
- Навчальний посібник кафедри – електронний варіант

(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. – 200 с., іл. 4).

- Питання для поточного контролю знань та заліку
(Набори завдань для поточного контролю знань та тестові завдання для модульного контролю).

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.
22. Беллами Л. Новые данные по ИК-спектрам сложных молекул. – М.: Мир, 1971, 318с
23. Инфракрасная спектроскопия полимеров. - М.: Химия, 1978. - 472с.
24. Энциклопедия полимеров. – Т. 1 – Т. 3. М.: «Советская энциклопедия», 1977.
25. Казицина Л.А., Калявин В.А. Задачник по спектрохимической идентификации органических соединений /МГУ, хим. фак. – М.: Моск. ун-т, 1991. – 136с.