

Міністерство освіти і науки України

Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна

Кафедра хімічної метрології  
Кафедра органічної хімії  
Кафедра прикладної хімії

**“ЗАТВЕРДЖУЮ”**

Проректор ХНУ  
з науково-педагогічної роботи

Пантелеймонов А.В.

“ \_\_\_\_ ” \_\_\_\_\_ 2018 р.

Робоча програма навчальної дисципліни

## **ФІЗИЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ**

**(група 2)**

(назва навчальної дисципліни)

спеціальність (напрямок) 102 Хімія

спеціалізація \_\_\_\_\_

факультет хімічний

2018/ 2019 навчальний рік

Програму рекомендовано до затвердження вченою радою хімічного факультету Харківського національного університету імені В.Н. Каразіна

“31” серпня 2018 року, протокол № 7

РОЗРОБНИКИ ПРОГРАМИ: Беліков Костянтин Миколайович, канд. хім. наук, доцент  
Дорошенко Андрій Олегович, докт. хім. наук, професор  
Комихов Сергій Олександрович, канд. хім. наук, доцент

Програму схвалено на засіданні кафедри хімічної метрології

Протокол від “\_\_\_” серпня 2018 року № 1

Завідувач кафедри органічної хімії

\_\_\_\_\_

(підпис)

Юрченко О.І.  
(прізвище та ініціали)

Програму схвалено на засіданні кафедри органічної хімії

Протокол від “30” серпня 2018 року № 1

Завідувач кафедри органічної хімії

\_\_\_\_\_

(підпис)

Дорошенко А.О.  
(прізвище та ініціали)

Програму схвалено на засіданні кафедри прикладної хімії

Протокол від “\_\_\_” серпня 2018 року № 1

Завідувач кафедри органічної хімії

\_\_\_\_\_

(підпис)

Чебанов В.А.  
(прізвище та ініціали)

Програму погоджено методичною комісією хімічного факультету

Протокол від “31” серпня 2018 року № 1

Голова методичної комісії хімічного факультету

\_\_\_\_\_

(підпис)

Єфімов П.В.  
(прізвище та ініціали)

## ВСТУП

Програма навчальної дисципліни “ФІЗИЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ” складена відповідно до освітньо-професійної (освітньо-наукової) програми підготовки другого рівню вищої освіти – магістр спеціальності (напряму) 102 Хімія

спеціалізації \_\_\_\_\_

**Предметом** вивчення навчальної дисципліни є фізико-хімічні методи дослідження в хімії: атомно-емісійна спектроскопія з індуктивно-зв'язаною плазмою, метод ядерного магнітного резонансу, метод мас-спектрометрії.

### 1. Опис навчальної дисципліни

1.1. Мета викладання навчальної дисципліни є поглиблення теоретичних та практичних знань у галузі використання сучасних фізичних методів дослідження речовини в хімії.

1.2. Основні завдання вивчення дисципліни

- поглиблене вивчення теоретичних основ та методології застосування фізичних методів дослідження;

- знайомство студентів з сучасними експериментальним обладнанням, яке може бути застосовано для дослідження молекул, речовин, хімічних процесів та явищ;

- набуття практичних навичок шляхом виконання лабораторних робіт та математичної обробки одержаних експериментальних даних.

1.3. Кількість кредитів - 9

1.4. Загальна кількість годин - 270

1.5. Характеристика навчальної дисципліни ФІЗИЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ	
Нормативна	
Денна форма навчання	Заочна (дистанційна) форма навчання
Рік підготовки	
1-й	1-й
Семестр	
1-й	1-й
Лекції	
32 год.	6 год.
Практичні, семінарські заняття	
0 год.	0 год.
Лабораторні заняття	
96 год.	30 год.
Самостійна робота	
142 год.	234 год.
Індивідуальні завдання	
0 год.	

1.6. Заплановані результати навчання

Згідно з вимогами освітньо-професійної (освітньо-наукової) програми студенти повинні:

**знати:** фізичні основи, серійні прилади і засоби обробки експериментальних даних, отриманих методами атомно-емісійної спектроскопії з індуктивно-зв'язаною плазмою, ядерного магнітного резонансу та метод мас-спектрометрії..

**вміти:** використовувати комплекс сучасних фізико-хімічних методів дослідження для проведення якісного та кількісного аналізу і встановлення будови речовини.

## 2. Тематичний план навчальної дисципліни

### *Тема 1. Атомно-емісійна та атомно-абсорбційна спектроскопія*

Емісійні спектри елементів. Атомно-емісійна спектроскопія з дуговим та іскровим збудженням. Атомно-емісійна спектроскопія з індуктивно-зв'язаною плазмою (ICP-AES). Характеристики спектральних ліній. Правило Уолша. Апаратне забезпечення методів атомної спектроскопії. Спектральні та несектральні впливи на аналітичний сигнал. Приклади застосування методів.

#### *Лабораторні заняття*

Оптимізація умов проведення вимірювань аналітичного сигналу в атомно-емісійній спектроскопії з індуктивно-зв'язаною плазмою.

Вивчення концентраційних залежностей аналітичного сигналу елементів, що легко іонізуються

Дослідження депресуючого впливу мінеральних кислот на аналітичний сигнал.

### *Тема 2. Метод ядерного магнітного резонансу*

Метод ядерного магнітного резонансу в хімії. Фізичні основи методу ЯМР. Апаратура, експериментальні прийоми. Завдання, що вирішуються в хімії за допомогою методу ЯМР. Природа хімічного зсуву у методі ядерного магнітного резонансу та фактори, що визначають його величину. Принципи формування тонкої структури спектру ЯМР. Спін-спінова взаємодія у методі ядерного магнітного резонансу: гемінальна, віцинальна, далека. Основні правила, яких треба дотримуватись при інтерпретації спектру ядерного магнітного резонансу. Основи та принципи застосування методу ядерного магнітного резонансу в хімії. Подвійний резонанс, ядерний ефект Оверхаузера, двовимірні спектри ЯМР.

#### *Лабораторні заняття*

Вимірювання, первинна обробка та інтерпретація спектру ЯМР.

Спін-спінова взаємодія - аналіз тонкої структури спектра ЯМР

Визначення просторової конфігурації органічної сполуки за даними спектроскопії ЯМР.

Встановлення будови органічної речовини за даними елементного аналізу та спектру ЯМР.

### *Тема 3. Мас-спектрометрія*

Уявлення про спектральні методи і місце серед них мас-спектрометрії. Мас-спектри електронної іонізації і інформація, яку вони надають. Пік молекулярного іону, базовий пік, фрагментні піки.

Історія мас-спектрометрії та основи мас-спектрометричного експерименту.

Сучасний стан мас-спектрометрії. Найбільш поширені методи іонізації у мас-спектрометрії і широкий спектр проблем, які можуть бути вирішені за їх допомогою.

Аналіз мас-спектрів електронної іонізації (EI). Ідентифікація молекулярного іону. Аналіз структури кластера молекулярного іону і визначення можливих емпіричних формул сполуки.

Аналіз фрагментації молекулярного іону у спектрі ЕІ. Детальна будова молекулярного іону і основні напрямки фрагментації: простий розрив зв'язку, втрата нейтральної молекули, перегрупування.

Методи м'якої іонізації у мас-спектрометрії: хімічна іонізація (CI), іонізація електроспреєм (ESI), лазерна іонізація (MALDI): основи, переваги та межі використання та особливості аналізу спектрів.

*Лабораторні заняття*

Сpektри ЕІ. Молекулярний іон та його аналіз.

Сpektри ЕІ. Фрагментація молекулярних іонів.

Сpektри CI та їх інтерпретація.

Сpektри MALDI-TOF.

Якісний аналіз за допомогою GC-MS.

### 3. Структура навчальної дисципліни

Назви тем	Кількість годин											
	денна форма						заочна форма					
	усього	у тому числі					усього	у тому числі				
		л	п	лаб.	інд.	с.р.		л	п	лаб.	інд.	с.р.
<i>Тема 1. Атомно-емісійна спектрометрія з індуктивно-зв'язаною плазмою</i>	90	11		32		47	90	2		10		78
<i>Тема 2. Метод ядерного магнітного резонансу</i>	90	10		32		48	90	2		10		78
<i>Тема 3. Мас-спектрометрія</i>	90	11		32		47	90	2		10		78
<b><i>Усього годин</i></b>	<b>270</b>	<b>32</b>		<b>96</b>		<b>142</b>	<b>270</b>	<b>6</b>		<b>30</b>		<b>234</b>

### 4. Теми лабораторних занять

№ з/п	Назва теми	Кількість годин
1	Якісний аналіз методом атомно-емісійної спектроскопії з дуговим збудженням	8
2	Оптимізація умов проведення вимірювань аналітичного сигналу в атомно-емісійній спектрометрії з індуктивно-зв'язаною плазмою.	8
3	Дослідження депресуючого впливу мінеральних кислот на аналітичний сигнал	8
4	Методи корекції матричних ефектів	8
5	Вимірювання, первинна обробка та інтерпретація спектру ЯМР	8
6	Спін-спінова взаємодія - аналіз тонкої структури спектра ЯМР	8
7	Визначення просторової конфігурації органічної сполуки за даними спектроскопії ЯМР	8
8	Встановлення будови органічної речовини за даними елементного аналізу та спектру ЯМР	8
9	Сpektри ЕІ. Молекулярний іон та його аналіз	8
10	Сpektри ЕІ. Фрагментація молекулярних іонів	8
11	Сpektри CI та їх інтерпретація	8
12	Якісний аналіз за допомогою GC-MS	8
	Разом	96



## 5. Самостійна робота

№ з/п	Види, зміст самостійної роботи	Кількість годин
1	Основи атомно-емісійної спектроскопії з індуктивно-зв'язаною плазмою. Можливості методу для визначення якісного та кількісного складу речовини.	11
2	Апаратурні параметри, що впливають на інтенсивність спектральних ліній	12
3	Матричні ефекти та спектральні перешкоди в ICP-EAS.	12
4	Методи корекції матричних ефектів. Вплив елементів, що легко іонізуються та мінеральних кислот на інтенсивність аналітичних ліній.	12
5	Теоретичні основи спектроскопії ядерного магнітного резонансу	10
6	Первинна обробка спектру ЯМР за допомогою програми NUTS	8
7	Аналіз мультиплетних сигналів, визначення констант спінової взаємодії, номенклатура спінових систем	10
8	Подвійний резонанс, ядерний ефект Оверхаузера	10
9	Тривимірні спектри ЯМР	10
10	Основи мас-спектрометрії	8
11	Молекулярний іон у мас-спектрі: 1) розрахунок емпіричної формули сполуки, 2) ізотопний склад.	10
12	Фрагментація молекулярних іонів та основи інтерпретації мас-спектрів.	10
13	Методи іонізації (EI, CI, FI, FAB, ESI) та їх використання, особливості інтерпретації мас-спектрів.	10
14	Мас-спектрометрія високомолекулярних сполук та біоб'єктів.	10
Разом		142

## 6. Індивідуальні завдання

Не передбачені

## 7. Методи контролю

Опитування, поточний контроль на лекціях, допуск до лабораторної роботи, співбесіда за результатами виконання, обробки та обговорення результатів лабораторних робіт. Залік.

## 8. Схема нарахування балів

Поточне тестування та самостійна робота				Сума
T1	T2	T3	Поточний контроль на лекціях	100
30	30	30	10	

## Шкала оцінювання

Сума балів за всі види навчальної діяльності протягом семестру	Оцінка	
	для екзамену	для заліку
90 – 100	відмінно	зараховано
70-89	добре	
50-69	задовільно	
1-49	незадовільно	не зараховано

## 9. Рекомендована література

### Основна література

1. Чудинов Э.Г. Итоги науки и техники. ВИНТИ. Сер. аналитическая химия. – 1990. - 2. -251 с.
2. Томпсон М., Уолш Д.Н. Руководство по спектрометрическому анализу с индуктивно-связанной плазмой. Москва: Недра. - 1988.- 288 с.
3. Чудинов Э.Г., Варванина Г.В. Журн. аналит. химии. 1989. 44. № 5. С. 814-826.
4. Беликов К.Н., Михайлова Л.И., Шевцов Н.И., Бланк А.Б. Особенности определения микропримесей в неорганических материалах методом ICP-AES // Вестник Харьковского национального университета. 2003. № 596. Химия. Вып. 10(33), с. 99-105
5. Эмсли Дж., Финней Дж., Сатклиф Т. Спектроскопия ЯМР высокого разрешения, т.1 1968, т.2 1969
6. Сильверстайн Р., Басслер Г., Морил Т. Спектроскопическая идентификация органических соединений, 1977
7. Сергеев Н.М. Спектроскопия ЯМР, 1981
8. Ионин Б.И., Ершов Б.А., Кольцов А.М. ЯМР-спектроскопия в органической химии, 1984
9. Гюнтер Х. Введение в курс спектроскопии ЯМР, 1984
10. Лундин А.Г., Федин Э.И. ЯМР-спектроскопия, 1986
11. Эрнст Р., Боденхаузен Дж., Вокаун А. ЯМР в одном и двух измерениях, 1990
12. Дероум Э. Современные методы ЯМР для химических исследований, 1992
13. Воловенко Ю.М., Туров О.В. Ядерный магнитный резонанс, 2007
14. Воловенко Ю.М., Карцев В.Г., Комаров И.В., Туров А.В., Хиля В.П. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса для химиков, 2011
15. Пентин Ю. А., Вилков Л. В. Физические методы исследования в химии – М.: Мир.– 2006.- 690 с.
16. Лебедев А. Т. Масс-спектрометрия в органической химии. М.: Бином, 2003. -496с.
17. Днепровский А. С., Темникова Т. И. Теоретические основы органической химии. Л.: Химия, 1979. -520 с.
18. Smith R. M. Understanding Mass Spectra: a Basic Approach. -2nd Edition. Wiley, 2004. - 372 p.

### 10. Посилання на інформаційні ресурси в Інтернеті, відео-лекції, інше методичне забезпечення

1. Файл-сервер хімічного ф-ту: <http://www-chemistry.univer.kharkov.ua/uk/node/424>
2. <http://www.mrfn.org/ucsb/chem/icp.pdf>