

Міністерство освіти і науки України
Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна

Кафедра хімічної метрології
Кафедра органічної хімії
Кафедра прикладної хімії

“ЗАТВЕРДЖУЮ”

Декан
хімічного факультету



Олег КАЛУГІН
“31” серпня 2023 р.

Робоча програма навчальної дисципліни

ФІЗИЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ
(група 2)

(назва навчальної дисципліни)

рівень вищої освіти _____ магістр _____
галузь знань _____ 10 Природничі науки _____
(шифр і назва)
спеціальність _____ 102 Хімія _____
(шифр і назва)
освітня програма _____ освітньо-професійна та освітньо-наукова програма «Хімія» _____
(шифр і назва)
спеціалізація _____ _____
(шифр і назва)
вид дисципліни _____ обов'язкова _____
(обов'язкова / за вибором)
факультет _____ хімічний _____

2024/2024 навчальний рік

Програму рекомендовано до затвердження вченою радою **хімічного** факультету

“27” серпня 2024 року, протокол № 7

Розробники програми: Костянтин БЄЛІКОВ, канд. хім. наук, доцент
Андрій ДОРОШЕНКО, докт. хім. наук, професор
Сергій КОМИХОВ, канд. хім. наук, доцент

Програму схвалено на засіданні кафедри хімічної метрології
Протокол № 1 від “26” серпня 2024 року
Завідувач кафедри хімічної метрології



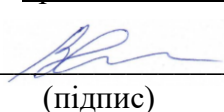
Олег ЮРЧЕНКО
(прізвище та ініціали)

Програму схвалено на засіданні кафедри органічної хімії
Протокол № 1 від “26” серпня 2024 року
Завідувач кафедри органічної хімії



Андрій ДОРОШЕНКО
(прізвище та ініціали)

Програму схвалено на засіданні кафедри прикладної хімії
Протокол № 1 від “26” серпня 2024 року
Завідувач кафедри прикладної хімії



Валентин ЧЕБАНОВ
(прізвище та ініціали)

Програму погоджено гарантом освітньо-професійної програми (керівником проектної групи) другого (магістерського) рівня «Хімія»
Гарант освітньо-професійної програми (керівником проектної групи) другого (магістерського) рівня «Хімія»



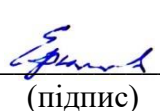
Андрій ДОРОШЕНКО
(прізвище та ініціали)

Програму погоджено гарантом освітньо-наукової програми (керівником проектної групи) другого (магістерського) рівня «Хімія»
Гарант освітньо-наукової програми (керівником проектної групи) другого (магістерського) рівня «Хімія»



Микола МЧЕДЛОВ-ПЕТРОСЯН
(прізвище та ініціали)

Програму погоджено методичною комісією хімічного факультету
Протокол № 1 від “26” серпня 2024 року
Голова методичної комісії хімічного факультету



Павло ЄФІМОВ
(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.

1.2.1. Формування наступних загальних компетентностей:

1. Знання та розуміння предметної області та власної професійної діяльності.
2. Здатність до абстрактного мислення, аналізу та синтезу (ЗК1).
3. Здатність вчитися і оволодівати сучасними знаннями (ЗК2).
4. Здатність працювати у команді (ЗК3).
5. Здатність до адаптації та дії в новій ситуації (ЗК4).
6. Навички використання інформаційних і комунікаційних технологій (ЗК5).
7. Здатність спілкуватися іноземною мовою (ЗК6).
8. Здатність спілкуватися з представниками інших професійних груп різного рівня (з експертами з інших галузей знань/видів економічної діяльності) (ЗК7).
9. Здатність діяти на основі етичних міркувань (мотивів) (ЗК8).
10. Прагнення до збереження навколишнього середовища (ЗК9).
11. Здатність до пошуку, оброблення та аналізу інформації з різних джерел (ЗК10).
12. Здатність бути критичним і самокритичним (ЗК11).
13. Здатність реалізувати свої права і обов'язки як члена суспільства, усвідомлювати цінності громадянського (вільного демократичного) суспільства та необхідність його сталого розвитку, верховенства права, прав і свобод людини і громадянина в Україні (ЗК12).

1.2.2. Формування наступних фахових компетентностей:

1. Здатність застосовувати знання і розуміння інших природничих наук та математики для вирішення якісних та кількісних проблем в хімії (ФК1).
2. Здатність розпізнавати і аналізувати проблеми, застосовувати обґрунтовані методи вирішення проблем, приймати обґрунтовані рішення в області хімії (ФК2).

3. Здатність до використання спеціального програмного забезпечення та моделювання в хімії (ФК4).
4. Здатність оцінювати ризики (ФК6).
5. Здатність здійснювати типові хімічні лабораторні дослідження та використовувати стандартне хімічне обладнання (ФК7, ФК8).
6. Здатність до опанування нових областей хімії шляхом самостійного вивчення (ФК10).
7. Здатність формулювати етичні та соціальні проблеми, які стоять перед хімією, та здатність застосовувати етичні стандарти досліджень і професійної діяльності в галузі хімії (академічна доброчесність) (ФК11).
8. Здатність використовувати основні поняття хімії, основні закони хімії, загальні закономірності перебігу хімічних реакцій, теорію будови атома, теорії хімічних зв'язків, вчення про розчини, загальні відомості про хімічні елементи та їх сполуки у вирішенні конкретних задач хімії відповідно до сучасних потреб (ФК14).
9. Здатність до роботи у синтетичній органічній лабораторії, вміння коректно інтерпретувати результати фізико-хімічних досліджень органічних сполук (ФК18).
10. Здатність до розуміння вимог охорони праці та дотримування їх під час праці у лабораторних та промислових умовах (ФК27).
11. Здатність розуміння актуальних проблем сучасної теоретичної і експериментальної органічної хімії (ФК33).
12. Здатність використовувати ретросинтетичний підхід при розробці методів синтезу активних фармацевтичних інгредієнтів (субстанцій) та передбачати ті хімічні властивості сполук, які можуть бути використані для аналізу їх якості (ідентифікації та кількісного визначення) (ФК35).
13. Здатність користуватись сучасним експериментальним обладнанням, яке може бути застосовано для дослідження молекул, речовин, хімічних процесів та явищ (ФК36).

1.3. Кількість кредитів - 8

1.4. Загальна кількість годин - 240

| 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 | |
| 112 год. | 204 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.

P01. Розуміти ключові хімічні поняття, основні факти, концепції, принципи і теорії, що стосуються природничих наук та наук про життя і землю, а також хімічних технологій на рівні, достатньому для їх застосування у професійній діяльності та для забезпечення можливості в подальшому глибоко розуміти спеціалізовані області хімії.

P03. Описувати хімічні дані у символічному вигляді.

P04. Розуміти основні закономірності та типи хімічних реакцій та їх характеристики.

P05. Розуміти зв'язок між будовою та властивостями речовин.

P07. Застосовувати основні принципи квантової механіки для опису будови атома, молекул та хімічного зв'язку.

P08. Знати принципи і процедури фізичних, хімічних, фізико-хімічних методів дослідження, типові обладнання та прилади.

P09. Планувати та виконувати хімічний експеримент, застосовувати придатні методики та техніки приготування розчинів та реагентів.

P11. Описувати властивості аліфатичних, ароматичних, гетероциклічних та органометалічних сполук, пояснювати природу та поведінку функціональних груп в органічних молекулах.

P12. Знати основні шляхи синтезу в органічній хімії, включаючи функціональні групові взаємоперетворення та формування зв'язку карбон-карбон, карбон-гетероатом.

P14. Здійснювати експериментальну роботу з метою перевірки гіпотез та дослідження хімічних явищ і закономірностей.

P17. Працювати самостійно або в групі, отримати результат у межах обмеженого часу з наголосом на професійну сумлінність та наукову добросовісність.

P18. Демонструвати знання та розуміння основних фактів, концепцій, принципів та теорій з хімії.

P21. Здійснювати моніторинг та аналіз наукових джерел інформації та фахової літератури.

P25. Оцінювати та мінімізувати ризики для навколишнього середовища при здійсненні професійної діяльності.

P32. Знати: методи синтезу та взаємоперетворень органічних сполук основних класів, механізми найважливіших процесів та теоретичні основи органічної хімії. Вміти: використовувати комплекс експериментальних методів для синтезу та вдосконалення структури нових сполук з певним набором властивостей, що обумовлюють їх практичне значення.

P41. Знати: зміст основних законів та підзаконних актів, що регулюють правові та організаційні питання охорони праці в Україні; вимоги охорони праці при роботі з хімічними речовинами та приладами; Вміти: працювати з дотриманням вимог нормативних документів з охорони праці.

P47. Знати: методологію проведення синтезу і дослідження в області органічної хімії; Вміти: планувати стратегію рішення поставлених завдань, скласти план синтезу органічної сполуки.

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. Апаратурне 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 спектрометрії 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, віцінальна, 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 EI. 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

Спектри EI. Молекулярний іон та його аналіз.

Спектри EI. Фрагментація молекулярних іонів.

Спектри CI та їх інтерпретація.

Спектри 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> | 80 | 10 | | 32 | | 37 | 80 | 2 | | 10 | | 68 |
| <i>Тема 2. Метод ядерного магнітного резонансу</i> | 80 | 12 | | 32 | | 38 | 80 | 2 | | 10 | | 68 |
| <i>Тема 3. Мас-спектрометрія</i> | 80 | 10 | | 32 | | 37 | 80 | 2 | | 10 | | 68 |
| Усього годин | 240 | 32 | | 96 | | 112 | 240 | 6 | | 30 | | 204 |

Проведення лекцій може відбуватися у дистанційному режимі за допомогою платформ ZOOM або Google Meet.

4. Теми лабораторних занять

| № з/п | Назва теми | Кількість годин | |
|-------|--|-----------------|--------|
| | | Денне | Заочне |
| 1 | Якісний аналіз методом атомно-емісійної спектроскопії з дуговим збудженням | 8 | 3 |
| 2 | Оптимізація умов проведення вимірювань аналітичного сигналу в атомно-емісійній спектрометрії з індуктивно-зв'язаною плазмою. | 8 | 3 |
| 3 | Дослідження депресуючого впливу мінеральних кислот на аналітичний сигнал | 8 | 2 |
| 4 | Методи корекції матричних ефектів | 8 | 2 |
| 5 | Вимірювання, первинна обробка та інтерпретація спектру ЯМР | 8 | 3 |
| 6 | Спін-спінова взаємодія - аналіз тонкої структури спектра ЯМР | 8 | 2 |
| 7 | Визначення просторової конфігурації органічної сполуки за даними спектроскопії ЯМР | 8 | 2 |
| 8 | Встановлення будови органічної речовини за даними елементного аналізу та спектру ЯМР | 8 | 3 |
| 9 | Спектри ЕІ. Молекулярний іон та його аналіз | 8 | 2 |
| 10 | Спектри ЕІ. Фрагментація молекулярних іонів | 8 | 2 |
| 11 | Спектри СІ та їх інтерпретація | 8 | 3 |
| 12 | Якісний аналіз за допомогою GC-MS | 8 | 3 |
| Разом | | 96 | 30 |

5. Самостійна робота

| № з/п | Види, зміст самостійної роботи (самостійне вивчення наступних питань) | Кількість годин | |
|-------|---|-----------------|--------|
| | | Денне | Заочне |
| 1 | Основи атомно-емісійної спектрометрії з індуктивно-зв'язаною плазмою. Можливості методу для визначення якісного та кількісного складу речовини. | 10 | 14 |

Продовження таблиці

| | | | |
|-------|--|-----|-----|
| 2 | Апаратурні параметри, що впливають на інтенсивність спектральних ліній | 9 | 15 |
| 3 | Матричні ефекти та спектральні перешкоди в ICP-EAS. | 9 | 14 |
| 4 | Методи корекції матричних ефектів. Вплив елементів, що легко іонізуються та мінеральних кислот на інтенсивність аналітичних ліній. | 9 | 15 |
| 5 | Теоретичні основи спектроскопії ядерного магнітного резонансу | 10 | 14 |
| 6 | Первинна обробка спектру ЯМР за допомогою програми NUTS | 8 | 15 |
| 7 | Аналіз мультиплетних сигналів, визначення констант спінової взаємодії, номенклатура спінових систем | 10 | 15 |
| 8 | Подвійний резонанс, ядерний ефект Оверхаузера | 5 | 15 |
| 9 | Тривимірні спектри ЯМР | 5 | 14 |
| 10 | Основи мас-спектрометрії | 5 | 15 |
| 11 | Молекулярний іон у мас-спектрі: 1) розрахунок емпіричної формули сполуки, 2) ізотопний склад. | 8 | 14 |
| 12 | Фрагментація молекулярних іонів та основи інтерпретації мас-спектрів. | 8 | 15 |
| 13 | Методи іонізації (EI, CI, FI, FAB, ESI) та їх використання, особливості інтерпретації мас-спектрів. | 8 | 14 |
| 14 | Мас-спектрометрія високомолекулярних сполук та біооб'єктів. | 8 | 15 |
| Разом | | 112 | 204 |

6. Індивідуальні завдання

Не передбачені

7. Методи навчання

Лекції, лабораторні роботи, співбесіди з викладачем, відповіді у дошки.

8. Методи контролю

Опитування, перевірка контрольних робіт, семестровий екзамен.

9. Схема нарахування балів

Залік:

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

Зараховуються бали, набрані у семестрі, залік виставляється, якщо загальна сума за трьома розділами перевищує 50 балів. Окремої залікової роботи не передбачено.

Екзамен:

| Лабораторні та практичні заняття, поточний контроль | | | Екзамен | Сума |
|---|----|----|---------|------|
| T1 | T2 | T3 | | 40 |
| 20 | 20 | 20 | | |

Допуск до екзамену – 30-60 балів, мінімальна позитивна оцінка на екзамені – 10 балів.

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 |

10. Рекомендована література

Основна література

1. Thompson, M., Walsh, J. N. A Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry.: Boston, MA: Springer US, 1989. 316 с.
2. Dean, J. R. Practical inductively coupled plasma spectrometry. Wiley, 2019. 220 с.
3. Atomic Absorption Spectroscopy / за ред. М. А. Farrukh. InTech, 2012. 272 с.
4. Schramel, P. Atomic emission spectrometry. Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry. 1994. Vol. 15, No. C. С. 91–128.
5. Беліков К.Н., Михайлова Л.И., Шевцов Н.И., Бланк А.Б. Особливості визначення мікродомішок в неорганічних матеріалах методом ICP-AES // Вісник Харківського національного університету. 2003. № 596. Хімія. Вип. 10(33), с. 99-105
6. Silverstein R.M., Webster F.X., Kiemle D.J., Bryce D.L. Spectrometric Identification of Organic Compounds, 8th Edition. Wiley, 2014.
7. Воловенко Ю.М., Туров О.В. Ядерний магнітний резонанс, 2007
8. Mitchell T.N., Costisella B. NMR – From Spectra to Structures. An Experimental Approach. Second Revised and Expanded Edition. Springer-Verlag, 2007
9. Pavia D.L., Lampman G.M., Kriz G.S., Vyvyan J.A. Introduction to Spectroscopy 5th Edition. Cengage Learning, 2015.
10. Іщенко О.В., Гайдай С.В., Беда О.А. Мас-спектрометрія : підручник. Київ: Київський ун-т, 2018. – 244 с. – ISBN 966-933-003-1.
11. Downard K (2004). Mass Spectrometry – A Foundation Course. Cambridge UK: Royal Society of Chemistry. ISBN 978-0-85404-609-6.
12. Smith R. M. Understanding Mass Spectra: a Basic Approach. -2nd Edition. Wiley, 2004. - 372 p.

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>