

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное учреждение
высшего профессионального образования
"Казанский (Приволжский) федеральный университет"
Химический институт им. А.М. Бутлерова



УТВЕРЖДАЮ

Проректор по образовательной деятельности КФУ

Проф. Талорский Д.А.

_____ 20__ г.

подписано электронно-цифровой подписью

Программа дисциплины

Современные физико-химические методы исследования веществ и материалов Б1.В.ДВ.3

Направление подготовки: 04.04.01 - Химия

Профиль подготовки: Химия супрамолекулярных нано- и биосистем

Квалификация выпускника: магистр

Форма обучения: очное

Язык обучения: русский

Автор(ы):

Якимова Л.С.

Рецензент(ы):

Антипин И.С.

СОГЛАСОВАНО:

Заведующий(ая) кафедрой: Антипин И. С.

Протокол заседания кафедры No ____ от " ____ " _____ 201__ г

Учебно-методическая комиссия Химического института им. А.М. Бутлерова:

Протокол заседания УМК No ____ от " ____ " _____ 201__ г

Регистрационный No 7136117

Казань
2017

Содержание

1. Цели освоения дисциплины
2. Место дисциплины в структуре основной образовательной программы
3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины /модуля
4. Структура и содержание дисциплины/ модуля
5. Образовательные технологии, включая интерактивные формы обучения
6. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины и учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов
7. Литература
8. Интернет-ресурсы
9. Материально-техническое обеспечение дисциплины/модуля согласно утвержденному учебному плану

Программу дисциплины разработал(а)(и) доцент, к.н. Якимова Л.С. Кафедра органической химии Химический институт им. А.М. Бутлерова , Luidmila.Savelyeva@kpfu.ru

1. Цели освоения дисциплины

Цель дисциплины "Современные физико-химические методы исследования веществ и материалов" - изучение основ теории и практики физико-химического анализа веществ, основных экспериментальных закономерностей, лежащих в основе физико-химических методов исследования, их связи с современными технологиями, а также формирование у студентов компетенций, позволяющих осуществлять идентификацию органических соединений основываясь на данных разных физических методов исследования молекул. В задачи дисциплины входит формирование базовых знаний и представлений о фундаментальных законах и основных методах исследования физико-химических свойств и структуры веществ, а также овладение методологией основных методов физических исследований.

2. Место дисциплины в структуре основной образовательной программы высшего профессионального образования

Данная учебная дисциплина включена в раздел " Б1.В.ДВ.3 Дисциплины (модули)" основной образовательной программы 04.04.01 Химия и относится к дисциплинам по выбору. Осваивается на 1 курсе, 2 семестр.

Дисциплина "Современные физико-химические методы исследования веществ и материалов" изучается на первом курсе во втором семестре обучающимися по направлению 020100 "Химия", профилю "Химия супрамолекулярных нано- и биосистем". Предполагается, что студенты, изучающие данную дисциплину, прослушали курс "органическая химия" и "физическая химия"

3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины /модуля

В результате освоения дисциплины формируются следующие компетенции:

Шифр компетенции	Расшифровка приобретаемой компетенции
ОК-6 (общекультурные компетенции)	Использует основные законы естественнонаучных дисциплин, применяет методы математического анализа и моделирования, теоретического и экспериментального исследования
ОК-7 (общекультурные компетенции)	Умеет работать с компьютером, на уровне пользователя и способен применять навыки работы с компьютерами как в социальной сфере, так и в области познавательной и профессиональной деятельности
ОК-9 (общекультурные компетенции)	Владеет основными методами, способами и средствами получения, хранения, переработки информации, имеет навыки работы с компьютером как средством управления информацией
ПК-1 (профессиональные компетенции)	Понимает сущность и социальную значимость профессии, основных перспектив и проблем, определяющих конкретную область деятельности
ПК-3 (профессиональные компетенции)	Способен применять основные законы химии при обсуждении полученных результатов, в том числе с привлечением информационных баз данных

В результате освоения дисциплины студент:

1. должен знать:

- 1) базовую терминологию, относящуюся к физико-химическим методам исследования,
- 2) классификацию методов;
- 3) основные понятия и законы, лежащие в основе различных методов

2. должен уметь:

- 1) продемонстрировать связь между различными физико-химическими методами исследования, структурой и свойствами веществ;
- 2) осуществить выбор соответствующего физико-химического метода исследования в зависимости от структуры вещества и поставленной задачи;
- 3) использовать закономерности физико-химических процессов и физико-химические методы исследования при выполнении курсовых и работ и интерпретации экспериментальных данных;
- 4) использовать полученные навыки работы для решения профессиональных и социальных задач;
- 5) применять соответствующие программные продукты для обработки данных.

3. должен владеть:

Навыками решения задач установления структуры соединения по данным физических методов исследования молекул.

4. должен продемонстрировать способность и готовность:

применять полученные знания на практике

4. Структура и содержание дисциплины/ модуля

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 зачетных(ые) единиц(ы) 108 часа(ов).

Форма промежуточного контроля дисциплины зачет во 2 семестре.

Суммарно по дисциплине можно получить 100 баллов, из них текущая работа оценивается в 50 баллов, итоговая форма контроля - в 50 баллов. Минимальное количество для допуска к зачету 28 баллов.

86 баллов и более - "отлично" (отл.);

71-85 баллов - "хорошо" (хор.);

55-70 баллов - "удовлетворительно" (удов.);

54 балла и менее - "неудовлетворительно" (неуд.).

4.1 Структура и содержание аудиторной работы по дисциплине/ модулю

Тематический план дисциплины/модуля

N	Раздел Дисциплины/ Модуля	Семестр	Неделя семестра	Виды и часы аудиторной работы, их трудоемкость (в часах)			Текущие формы контроля
				Лекции	Практические занятия	Лабораторные работы	

1.	Тема 1. Общая характеристика						
----	------------------------------	--	--	--	--	--	--

физических методов исследования веществ

2

1

2

0

0

N	Раздел Дисциплины/ Модуля	Семестр	Неделя семестра	Виды и часы аудиторной работы, их трудоемкость (в часах)			Текущие формы контроля
				Лекции	Практические занятия	Лабораторные работы	
2.	Тема 2. Метод ЯМР спектроскопии	2	2-4	2	10	0	Устный опрос
3.	Тема 3. Метод ИК-спектроскопии	2	5	2	2	0	
4.	Тема 4. Электронная спектроскопия в видимой и УФ областях, Эмиссионная спектроскопия	2	6-8	2	10	0	Устный опрос
5.	Тема 5. Метод динамического светорассеяния	2	9	2	10	0	Контрольная работа
6.	Тема 6. Подготовка к зачету	2	10	0	0	0	
	Тема . Итоговая форма контроля	2		0	0	0	Зачет
	Итого			10	32	0	

4.2 Содержание дисциплины

Тема 1. Общая характеристика физических методов исследования веществ

лекционное занятие (2 часа(ов)):

Общая характеристика физических методов исследования веществ (Метод ЯМР спектроскопии, ИК-спектроскопии, Электронная спектроскопия в видимой и УФ областях, Эмиссионная спектроскопия)

Тема 2. Метод ЯМР спектроскопии

лекционное занятие (2 часа(ов)):

Физические основы явления ядерного магнитного резонанса. Снятие вырождения спиновых состояний в постоянном магнитном поле. Условие ядерного магнитного резонанса.

Заселенность уровней энергии, насыщение, релаксационные процессы и ширина сигнала.

Химический сдвиг и спин-спиновое расщепление в спектрах ЯМР. Константа экранирования ядра. Относительный химический сдвиг, его определение и использование в химии.

Спин-спиновое взаимодействие ядер, его природа, число компонент мультиплетов, распределение интенсивности, правило сумм. Анализ спектров ЯМР первого и не первого порядков. Применение спектров ЯМР в химии. Техника и методика эксперимента.

Структурный анализ. Химическая поляризация ядер. Блок-схема спектрометра ЯМР. Характер образцов.

практическое занятие (10 часа(ов)):

Физические основы явления ядерного магнитного резонанса. Снятие вырождения спиновых состояний в постоянном магнитном поле. Условие ядерного магнитного резонанса. Заселенность уровней энергии, насыщение, релаксационные процессы и ширина сигнала. Химический сдвиг и спин-спиновое расщепление в спектрах ЯМР. Константа экранирования ядра. Относительный химический сдвиг, его определение и использование в химии. Спин-спиновое взаимодействие ядер, его природа, число компонент мультиплетов, распределение интенсивности, правило сумм. Анализ спектров ЯМР первого и не первого порядков. Применение спектров ЯМР в химии. Техника и методика эксперимента. Структурный анализ. Химическая поляризация ядер. Блок-схема спектрометра ЯМР. Характер образцов.

Тема 3. Метод ИК-спектроскопии

лекционное занятие (2 часа(ов)):

Описание колебательных спектров. Уровни энергии, их классификация, фундаментальные, обертоновые и составные частоты. Интенсивность полос колебательных спектров. Правила отбора и интенсивность в ИК поглощении и в спектрах КР. Частоты и формы нормальных колебаний молекул. Применение методов колебательной спектроскопии для качественного и количественного анализов и другие применения в химии. Специфичность колебательных спектров. Техника и методики ИК спектроскопии Аппаратура ИК спектроскопии, приготовление образцов.

практическое занятие (2 часа(ов)):

Описание колебательных спектров. Уровни энергии, их классификация, фундаментальные, обертоновые и составные частоты. Интенсивность полос колебательных спектров. Правила отбора и интенсивность в ИК поглощении и в спектрах КР. Частоты и формы нормальных колебаний молекул. Применение методов колебательной спектроскопии для качественного и количественного анализов и другие применения в химии. Специфичность колебательных спектров. Техника и методики ИК спектроскопии Аппаратура ИК спектроскопии, приготовление образцов.

Тема 4. Электронная спектроскопия в видимой и УФ областях, Эмиссионная спектроскопия

лекционное занятие (2 часа(ов)):

Абсорбционная спектроскопия в видимой и УФ областях как метод исследования электронных спектров многоатомных молекул. Характеристики электронных состояний многоатомных молекул: энергия, волновые функции, мультиплетность, время жизни. Симметрия и номенклатура электронных состояний. Классификация и отнесение электронных переходов. Интенсивности полос различных переходов. Правила отбора и нарушения запрета. Применение электронных спектров поглощения в качественном, структурном и количественном анализах. О специфике электронных спектров поглощения различных классов соединений. Спектры сопряженных систем в электронных спектрах поглощения. Люминесценция (флуоресценция и фосфоресценция). Фотофизические процессы в молекуле. Основные характеристики люминесценции (спектры поглощения и спектры возбуждения, времена жизни возбужденных состояний, квантовый выход люминесценции). Закономерности люминесценции. Тушение люминесценции. Практическое использование количественного люминесцентного анализа.

практическое занятие (10 часа(ов)):

Абсорбционная спектроскопия в видимой и УФ областях как метод исследования электронных спектров многоатомных молекул. Характеристики электронных состояний многоатомных молекул: энергия, волновые функции, мультиплетность, время жизни. Симметрия и номенклатура электронных состояний. Классификация и отнесение электронных переходов. Интенсивности полос различных переходов. Правила отбора и нарушения запрета. Применение электронных спектров поглощения в качественном, структурном и количественном анализах. О специфике электронных спектров поглощения различных классов соединений. Спектры сопряженных систем в электронных спектрах поглощения. Люминесценция (флуоресценция и фосфоресценция). Фотофизические процессы в молекуле. Основные характеристики люминесценции (спектры поглощения и спектры возбуждения, времена жизни возбужденных состояний, квантовый выход люминесценции). Закономерности люминесценции. Тушение люминесценции. Практическое использование количественного люминесцентного анализа.

Тема 5. Метод динамического светорассеяния

лекционное занятие (2 часа(ов)):

Динамическое рассеяние света. Основы теории. Интенсивность рассеяния света. Использование корреляционной функции для определения размера частицы. Размерные распределения по интенсивности, объему и числу. Аппаратура в методе динамического светорассеяния. Анализаторы серии Zetasizer Nano.

практическое занятие (10 часа(ов)):

Методика проведения исследования для измерения размера частиц.

Тема 6. Подготовка к зачету

4.3 Структура и содержание самостоятельной работы дисциплины (модуля)

N	Раздел Дисциплины	Семестр	Неделя семестра	Виды самостоятельной работы студентов	Трудоемкость (в часах)	Формы контроля самостоятельной работы
2.	Тема 2. Метод ЯМР спектроскопии	2	2-4	подготовка к устному опросу	22	устный опрос
4.	Тема 4. Электронная спектроскопия в видимой и УФ областях, Эмиссионная спектроскопия	2	6-8	подготовка к устному опросу	22	устный опрос
5.	Тема 5. Метод динамического светорассеяния	2	9	подготовка к контрольной работе	22	контрольная работа
	Итого				66	

5. Образовательные технологии, включая интерактивные формы обучения

1. Лекции, практические занятия.
2. Семинар в диалоговом режиме с использованием интерактивных электронных учебников и учебных пособий

6. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины и учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов

Тема 1. Общая характеристика физических методов исследования веществ

Тема 2. Метод ЯМР спектроскопии

устный опрос , примерные вопросы:

1. На каком явлении основан метод ЯМР-спектроскопии? 2. Какие ядра атомов могут вызывать сигнал в спектрах ЯМР? 3. Что называется резонансной частотой ядра? 4. Что называется временем спин-решеточной релаксации? 5. Что представляет собой спектр ЯМР? 6. Что называется химическим сдвигом сигнала ЯМР? В каких единицах измеряется химический сдвиг? 7. На чем основано явление анизотропии? 8. Чем вызвано расщепление сигнала ЯМР? 9. Что отражает мультиплетность сигнала? 10. Что отражает интенсивность мультиплета? 11. Что отражает константа спин-спинового взаимодействия? От каких факторов она зависит, в каких единицах измеряется? 12. Какие протоны называются магнитно-эквивалентными? 13. Что называется спиновой системой? 14. Какие методы для упрощения сложных спектров Вам известны? 15. Что называется химическим обменом? От каких факторов может зависеть скорость химического обмена? Какое отражение в спектрах ЯМР находит химический обмен? 16. Почему в спектре ЯМР ^{13}C все сигналы являются синглетами (в молекуле нет других магнитно активных ядер)?

Тема 3. Метод ИК-спектроскопии

Тема 4. Электронная спектроскопия в видимой и УФ областях, Эмиссионная спектроскопия

устный опрос , примерные вопросы:

1 Какие виды электронных переходов характеризуют спектры поглощения в УФ- диапазоне? 2 Запишите закон Бугера-Ламберта-Бера и объясните смысл входящих в него величин. 3 Как изменится оптическая плотность раствора, если его концентрация уменьшится в 2 раза? 4 В чем заключается правило Лёвшина? 5 Поясните, в чем заключается Стоксово смещение? 6 Как изменится оптическая плотность раствора при увеличении толщины светопоглощающего слоя (увеличении толщины кюветы)? 7 Оптические плотности трёх исследуемых растворов равны 0,1; 0,44; 0,8. В каком случае относительная ошибка измерения будет наибольшей? 8 Какие из указанных соединений имеют полосы поглощения в УФ- диапазоне: NaNO_3 , Na_2CO_3 , $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}=\text{CH}_2$, $\text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_3$? 9 В кювете из какого материала следует измерять спектры поглощения в УФ-диапазоне? 10 В чем различие спектров поглощения от спектров возбуждения флуоресценции? 11 Что такое изобестическая точка? Для чего и как она используется?

Тема 5. Метод динамического светорассеяния

контрольная работа , примерные вопросы:

Билет 1 1. Какие типы электронных переходов Вы знаете? Чем они обусловлены? 2. Определите какому из растворителей (изооктану, метанолу или воде) соответствуют данные двух полос поглощения окиси мезитила. Объясните происходящие в спектре изменения. Билет 2 1. Назовите интервалы поглощения УФ спектра вакуумной, видимой, ближней и дальней областей в шкале электромагнитных излучений. 2. Объясните происходящие изменения в электронном спектре поглощения п- диалкиламинобензойной кислоты при смене растворителя. Билет 3 1. Какой сдвиг называется батохромным? Чем он отличается от гиперхромного эффекта? Какими причинами обусловлены эти оба эффекта? 2. Какие переходы в УФ спектре могут наблюдаться для ацетоуксусного эфира? Укажите приблизительно их положение и интенсивность. Нарисуйте приближенный УФ-спектр этого соединения. Билет 4 1. Что такое вакуум? ультрафиолет? От чего зависит интенсивность полосы поглощения? Почему полосы поглощения в УФ спектре широкие? 2. УФ-спектр снимали в воде, гексане, спирте. Определить какому растворителю принадлежат кривые сканирования 1,2, 3.

Тема 6. Подготовка к зачету

Тема . Итоговая форма контроля

Примерные вопросы к зачету:

Вопросы к зачету:

1. Какова роль физических методов в химии?
2. Дайте определение прямой и обратной задачи физического метода.
3. Назовите наиболее важные характеристики спектроскопических методов исследования.

4. Раскройте сущность дифракционных методов исследования. Области применения.
5. Как можно определить характеристическое время метода?
6. Какие молекулы имеют собственный дипольный момент?
7. Что такое обертоны и составные частоты? Чем обусловлено их появление в ИК спектрах?
8. Перечислите основные области применения ИК спектроскопии, приведите примеры.
9. Какими основными свойствами характеризуются электронные состояния молекул?
10. По каким признакам можно идентифицировать в УФ спектре полосу поглощения $n \rightarrow \pi^*$ перехода? Чем объясняются сдвиги этой полосы при изменении полярности растворителя?
11. Как влияет сопряжение хромофорных групп на их электронный спектр? Как отражается на интенсивности $\pi \rightarrow \pi^*$ полосы поглощения изменение конформации сопряженной системы двойных связей?
12. Охарактеризуйте условия получения и способы изображения электронных спектров.
13. Как выражается энергия взаимодействия ядра, обладающего ненулевым спином, с внешним магнитным полем?
14. Каковы условия ядерного магнитного резонанса?
15. Что такое спин-решеточная и спин-спиновая релаксация?
16. Перечислите и запишите выражение и шкалы химических сдвигов в ЯМР.
17. Что такое константа экранирования ядра?
18. Объясните природу спин-спинового взаимодействия? Какие сведения дает величина константы спин-спинового взаимодействия?
19. Укажите основные параметры и характерные черты спектров ЯМР первого порядка.
20. Интенсивность рассеяния света.
21. Возможности метода динамического светорассеяния.
22. Что такое корреляционная функция?

7.1. Основная литература:

- Спектроскопия ЯМР в органической химии, Каратаева, Фарида Хайдаровна; Ключков, Владимир Васильевич, 2013г.
- Физические методы исследования в химии, Пентин, Юрий Андреевич; Вилков, Лев Васильевич, 2012г.
3. В.А. Бурилов, Л.З. Латыпова, О.А. Мостовая, Л.С. Якимова, Г.А. Чмутова Современные физико-химические методы исследования в органической химии - Казань, Казан. ун-т., 2014. - 131 с.
4. Якимова, Людмила Сергеевна. Метод УФ-спектроскопии и его применение в органической и физической химии [Текст: электронный ресурс] : учебно-методическое пособие / Л. С. Якимова ; Казан. федер. ун-т, Хим. ин-т им. А. М. Бутлерова, Каф. орган. химии .? Электронные данные (1 файл: 0,67 Мб) .? (Казань : Казанский федеральный университет, 2015) .? Загл. с экрана .? Для 2-го семестра .? Вых. дан. ориг. печ. изд.: Казань, 2015.

7.2. Дополнительная литература:

1. Васильева В. И. Спектральные методы анализа. Практическое руководство. Москва Лань', 2014. 416с. http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=50168
2. Бердников, Е.А.. Задачи и упражнения по ЯМР-спектроскопии в органической химии: [учеб. пособие] / Е.А. Бердников, М.А. Казымова; Казан. гос. ун-т, Хим. ин-т им. А.М. Бутлерова, Науч.-образоват. центр Казан. гос. ун-та 'Материалы и технологии XXI века'. - Казань: [КГУ], 2007.-; 29.Ч. 1. - 2007. - 103 с.
3. Камалова Д. И. , Салахов М. Х. Лекции по прикладной инфракрасной спектроскопии: учебное пособие. Казань Казанский государственный университет, 2009. 167 с.

7.3. Интернет-ресурсы:

База данных масс-спектров. - <http://www.massbank.jp/>

База данных Национального института современной индустриальной науки и технологии, Япония. - http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi

База данных Национального института стандартизации и технологии США по свойствам соединений. - <http://webbook.nist.gov/chemistry/>

Практический курс спектроскопии ЯМР -

http://www.chem.msu.su/rus/teaching/nifantev/2006_NMR.pdf

Учебное пособие по ЯМР спектроскопии -

http://www.kpfu.ru/docs/F413273025/NMR_spectroscopy_1.pdf

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины(модуля)

Освоение дисциплины "Современные физико-химические методы исследования веществ и материалов" предполагает использование следующего материально-технического обеспечения:

Мультимедийная аудитория, вместимостью более 60 человек. Мультимедийная аудитория состоит из интегрированных инженерных систем с единой системой управления, оснащенная современными средствами воспроизведения и визуализации любой видео и аудио информации, получения и передачи электронных документов. Типовая комплектация мультимедийной аудитории состоит из: мультимедийного проектора, автоматизированного проекционного экрана, акустической системы, а также интерактивной трибуны преподавателя, включающей тач-скрин монитор с диагональю не менее 22 дюймов, персональный компьютер (с техническими характеристиками не ниже Intel Core i3-2100, DDR3 4096Mb, 500Gb), конференц-микрофон, беспроводной микрофон, блок управления оборудованием, интерфейсы подключения: USB, audio, HDMI. Интерактивная трибуна преподавателя является ключевым элементом управления, объединяющим все устройства в единую систему, и служит полноценным рабочим местом преподавателя. Преподаватель имеет возможность легко управлять всей системой, не отходя от трибуны, что позволяет проводить лекции, практические занятия, презентации, вебинары, конференции и другие виды аудиторной нагрузки обучающихся в удобной и доступной для них форме с применением современных интерактивных средств обучения, в том числе с использованием в процессе обучения всех корпоративных ресурсов. Мультимедийная аудитория также оснащена широкополосным доступом в сеть интернет. Компьютерное оборудование имеет соответствующее лицензионное программное обеспечение.

Учебно-методическая литература для данной дисциплины имеется в наличии в электронно-библиотечной системе Издательства "Лань", доступ к которой предоставлен студентам. ЭБС Издательства "Лань" включает в себя электронные версии книг издательства "Лань" и других ведущих издательств учебной литературы, а также электронные версии периодических изданий по естественным, техническим и гуманитарным наукам. ЭБС Издательства "Лань" обеспечивает доступ к научной, учебной литературе и научным периодическим изданиям по максимальному количеству профильных направлений с соблюдением всех авторских и смежных прав.

ЯМР Bruker Nanbay;

ИК спектрометр Bruker,

UV-VIS спектрофотометр SHIMADZU UV 3000

спектрофлуориметр JOBIN IVON.

Zetasizer Nan, Malvern

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВПО и учебным планом по направлению 04.04.01 "Химия" и магистерской программе Химия супрамолекулярных нано- и биосистем .

Автор(ы):

Якимова Л.С. _____

"__" _____ 201__ г.

Рецензент(ы):

Антипин И.С. _____

"__" _____ 201__ г.