

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. Таюрский Д.А.





_____ 20__ г.

подписано электронно-цифровой подписью

Программа дисциплины

Физические методы исследования Б1.В.ОД.10

Направление подготовки: 04.03.01 - Химия

Профиль подготовки: Аналитическая химия

Квалификация выпускника: бакалавр

Форма обучения: очное

Язык обучения: русский

Автор(ы):

Чмутова Г.А.

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 713516

Казань
2016

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) профессор, д.н. (профессор) Чмутова Г.А. Кафедра органической химии Химический институт им. А.М. Бутлерова, Galina.Tschmutowa@kpfu.ru

1. Цели освоения дисциплины

Целью освоения дисциплины "Физические методы исследования" является подготовка к научно-исследовательской деятельности для решения задач, связанных с идентификацией соединений, изучением их состава, строения и реакционной способности. В результате освоения данной дисциплины должны быть сформированы представления о современных возможностях решения структурных задач разного уровня, умения делать правильный выбор метода(ов) для получения достоверной информации и интерпретировать полученные результаты.

Дисциплина "Физические методы исследования" принадлежит к циклу общенаучных предметов, создающих базу для эффективного, более глубокого изучения специальных курсов, связанных с изучением структуры и реакционной способности тех типов соединений, которыми занимаются представители той или иной кафедры (специализации) или исследовательской лаборатории. Основные задачи изучения дисциплины состоят в получении студентами знаний о принципиальных основах важнейших физических методов, их классификации, достоинствах, специализации, чувствительности, характеристическом времени метода, блок-схемах физических приборов, методах извлечения полезной информации из полученных данных и их интерпретации, целесообразности использования того или иного метода или их совокупности при решении конкретных химических задач.

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

Данная учебная дисциплина включена в раздел " Б1.В.ОД.10 Дисциплины (модули)" основной образовательной программы 04.03.01 Химия и относится к обязательным дисциплинам. Осваивается на 4 курсе, 8 семестр.

Дисциплина 'Физические методы исследования' принадлежит к вариативной части блока дисциплин. Дисциплина 'Физические методы исследования' создает базу для эффективного, более глубокого изучения специальных курсов, связанных с изучением структуры и реакционной способности тех типов соединений, которыми занимаются представители той или иной кафедры (специализации) или исследовательской лаборатории. Полученные знания необходимы студентам при подготовке, выполнении и защите выпускной квалификационной работы и решении научно-исследовательских и производственно-технологических задач в будущей профессиональной деятельности (идентификация соединений, определение степени их чистоты, природы примесей, получение информации о геометрии соединений в разных фазах, характере и интенсивности межмолекулярных взаимодействий, характеристик электрических, магнитных, оптических свойств веществ и т.д.).

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)	способностью работать в коллективе, толерантно воспринимать социальные, этнические, конфессиональные и культурные различия (ОК
ОК-7 (общекультурные компетенции)	способностью к самоорганизации и самообразованию (ОК-7);

Шифр компетенции	Расшифровка приобретаемой компетенции
ОПК-1 (профессиональные компетенции)	способностью использовать полученные знания теоретических основ фундаментальных разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1);
ОПК-2 (профессиональные компетенции)	владением навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций (ОПК-2);
ОПК-3 (профессиональные компетенции)	способностью использовать основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности (ОПК-3);
ПК-1 (профессиональные компетенции)	способностью выполнять стандартные операции по предлагаемым методикам (ПК-1);
ПК-3 (профессиональные компетенции)	владением системой фундаментальных химических понятий (ПК-3);
ПК-4 (профессиональные компетенции)	способностью применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов (ПК-4);

В результате освоения дисциплины студент:

1. должен знать:

основы теории и практики использования важнейших физических методов для решения химических проблем;

принципы устройства (блок-схему) любого физического прибора.

2. должен уметь:

правильно выбрать метод или группу методов для решения той или иной химической задачи;

3. должен владеть:

навыками анализа тонкой структуры соединений, динамики внутри- и межмолекулярных превращений на основе данных соответствующих методов.

Использовать свои 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 экзамен в 8 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 и химических методов исследования строения молекул (вещества).	8	1	2	0	0	
2.	Тема 2. Методы масс-спектрометрии.	8	2-4	6	4	0	
3.	Тема 3. Методы магнитного резонанса (ЯМР, ЭПР).	8	5-7	6	4	0	контрольная работа письменное домашнее задание
4.	Тема 4. Методы колебательной спектроскопии (ИК и КРС).	8	8-9	4	4	0	
5.	Тема 5. Методы электронной спектроскопии (спектроскопия в УФ и видимой области, фото- и рентгеноэлектронная спектроскопия).	8	10-11	4	4	0	
6.	Тема 6. Комплексное использование физических методов для изучения структуры и реакционной способности соединений в разных состояниях.	8	12	2	2	0	письменное домашнее задание контрольная работа
	Тема . Итоговая форма контроля	8		0	0	0	экзамен
	Итого			24	18	0	

4.2 Содержание дисциплины

Тема 1. Общая характеристика физических и химических методов исследования строения молекул (вещества).

лекционное занятие (2 часа(ов)):

Принципиальная схема изучения физических свойств и через них параметров строения отдельных соединений: теория метода; физический эксперимент (физическое воздействие на вещество каким-то источником энергии, измерение отклика вещества на это воздействие; выдача информации исследователю ? и соответствующие блоки физических приборов); интерпретация полученных результатов в рамках физических законов, гипотез и т.п.; сравнение измеренных характеристик с рассчитанными для различных моделей, роль ЭВМ. Классификация физических методов; по типу воздействия на вещество, типу изучаемых свойств, характеру решаемых структурных задач, техническим возможностям и т.д. Понятие о характеристическом времени метода, чувствительности, разрешающей способности прибора. Специализация и интеграция физических методов, области их применения. Возможности современных физических методов при изучении реакционной способности химических соединений (улавливание и установление строения интермедиатов, контроль равновесий, получение кинетических характеристик химических процессов и т.д.).

Тема 2. Методы масс-спектрометрии.

лекционное занятие (6 часа(ов)):

Методы масс-спектрометрии как основа установления состава вещества, его точной молекулярной массы, фрагментов строения, потенциалов ионизации и других физических и физико-химических характеристик вещества. Типы масс-спектрометров. Характер экспериментов. Расшифровка масс-спектров.

практическое занятие (4 часа(ов)):

Решение задач по расшифровке структуры на основании данных метода масс-спектрометрии.

Тема 3. Методы магнитного резонанса (ЯМР, ЭПР).

лекционное занятие (6 часа(ов)):

Физические основы методов. Магнитные моменты ядер и электронов. Поведение магнитоактивных частиц во внешнем магнитном поле. Зеемановское расщепление уровней, Больцмановское распределение спинов ядер и электронов. Переходы между, уровнями, условия ядерного магнитного и электронного парамагнитного резонанса. Реализация условий ядерного магнитного резонанса. Принципиальная блок-схема ЯМР-спектрометра стационарного типа и импульсного Фурье-спектрометра ЯМР. Техника и методика эксперимента. Общий вид спектра ЯМР и его обзорный анализ. Число сигналов, их форма, положение в спектре, интенсивность. Химический сдвиг, спин-спиновое расщепление, времена продольной и поперечной релаксации. Применение в химии спектроскопии ЯМР ^1H . Структурный анализ индивидуальных соединений, донорно-акцепторных и H -комплексов, хиральных молекул. Количественный анализ смеси. Изучение быстро протекающих процессов (химический обмен ядер, внутреннее вращение). Обнаружение и характеристика структуры интермедиатов в химических реакциях (карбокатионы, ионные пары и т.п.). Определение термодинамических характеристик химических реакций. Применение в структурно-аналитических целях спектроскопии магнитного резонанса на ядрах ^{13}C , ^{31}P , ^{19}F , ^{77}Se и др. Реализация условий электронного парамагнитного (спинового) резонанса. Техника и экспериментальные методики спектроскопии ЭПР. Форма сигнала. Положение резонансного сигнала и g -фактор в изотропных и анизотропных системах. Электрон-ядерное взаимодействие и сверхтонкая структура спектра ЭПР. Применение спектроскопии ЭПР в химии: структурные и кинетические исследования. Изучение электронной и пространственной структуры координационных соединений, радикалов и ион-радикалов; характеристика парамагнитных центров в твердых системах и т.п. Изучение возбужденных триплетных состояний, сольватированных электронов и т.д. Обнаружение в реагирующей системе парамагнитных центров, их идентификация, наблюдения за изменением концентраций во времени, методы спиновых меток и спиновых ловушек, матричная изоляция как приемы изучения кинетики и механизмов термических, фотохимических, радиационных, биохимических реакций.

практическое занятие (4 часа(ов)):

Решение задач по расшифровке структуры на основании данных метода ЯМР- спектроскопии.

Тема 4. Методы колебательной спектроскопии (ИК и КРС).

лекционное занятие (4 часа(ов)):

Теоретические основы колебательной спектроскопии. Симметрия молекул и нормальных колебаний. Классификация нормальных колебаний. Основные, или фундаментальные полосы, обертоны, нормальных колебаний. Основные, или фундаментальные полосы, обертоны, составные и разностные полосы. Интенсивность колебаний. Форма полосы. Правила отбора. Резонанс Ферми. Эффекты кристалличности. Характеристические частоты. Концепция групповых колебаний, ее достоинства и недостатки. Важнейшие области колебательных спектров (обзорный анализ). Принципы устройства и действия ИК-спектрометров. Фурье-спектроскопия. Характер и подготовка образцов. Применение ИК- и КРС-спектроскопии в химии. Структурно-групповой анализ на основе данных каждого метода (ИК- и КРС-) порознь, выводы из сопоставления ИК- и КР-спектров относительно симметрии и тонких аспектов строения молекул. Идентификация структуры (область "отпечатка пальцев", колебания функциональных групп и отдельных структурных фрагментов, качественный и количественный анализ многокомпонентных смесей, характер и степень координации лигандов в устойчивых комплексах и т.п.). Исследование пространственной структуры молекул (форма, симметрия, геометрическая изомерия, конформационный анализ). Анализ внутримолекулярных электронных взаимодействий (эффект поля, эффекты сопряжения и т.д.), характеристика дипольных моментов и поляризуемостей отдельных связей, фрагментов и т.д. Нахождение силовых полей молекулы, корреляции, силовых постоянных с другими параметрами и свойствами молекул. Использование фундаментальных частот для расчета колебательных вкладов в термодинамические функции. Исследование межмолекулярных взаимодействий (комплексы с водородной связью, комплексы с переносом заряда, сольватационные эффекты, координационный катализ и т.п.). Исследования равновесий. Кинетические исследования.

практическое занятие (4 часа(ов)):

Решение задач по расшифровке структуры на основании данных метода ИК- спектроскопии.

Тема 5. Методы электронной спектроскопии (спектроскопия в УФ и видимой области, фото- и рентгеноэлектронная спектроскопия).

лекционное занятие (4 часа(ов)):

Методы электронной спектроскопии (спектроскопия в УФ и видимой области, фото- и рентгеноэлектронная спектроскопия, рентгеновская флуоресцентная спектроскопия) Электронные состояния молекул, их энергия, волновые функции, мультиплетность, время жизни. Симметрия и номенклатура электронных состояний. Процессы переходов между электронными состояниями (абсорбция и эмиссия в видимой и УФ областях), их классификация, правила отбора и нарушения запретов. Процессы отрыва электрона от молекулы (ионизация, уравнение фотоэффекта); природа спектров: фотоэлектронного, рентгеноэлектронного, рентгеновской флуоресценции. Обзорный анализ электронных спектров. Техника и методики электронной (абсорбционной) спектроскопии. Подготовка образцов. Принципиальная схема фотоэлектронного спектрометра, основные узлы, методика проведения эксперимента. Применение электронных спектров; структурно-спектральные корреляции; качественный и количественный анализ; изучение внутримолекулярных электронных взаимодействий (p, p -, p, p -сопряженные системы; координационные соединения и т.п.); анализ пространственной структуры, оценка двугранных углов; исследование межмолекулярных взаимодействий (образование Н-комплексов и КПЗ, сольватационные эффекты и т.п.); изучение кинетики и термодинамики химических процессов (кислотно-основные равновесия, таутомерия и т.п.), обнаружение и характеристика структуры интермедиатов; анализ электронной структуры возбужденных состояний, исследование механизмов фотохимических реакций. Основные приемы анализа фотоэлектронных спектров. Положение полос, их интенсивность, форма. Теорема Купменса как мост между теорией и экспериментом. Понятие о вертикальных и адиабатических потенциалах ионизации. Применение вакуумной УФ- фотоэлектронной спектроскопии в химии: определение энергии и симметрии занятых молекулярных орбиталей; количественная характеристика эффектов внутримолекулярных электронных взаимодействий (p, p -, d, p ~, n, n -, pp -взаимодействия; сопряжение "через связь" и "через пространство"); влияние особенностей пространственной структуры молекул (плоскостность-неплоскостность, конформационная однородность или неоднородность и т.п.).

практическое занятие (4 часа(ов)):

Решение задач по расшифровке структуры на основании данных метода УФ- спектроскопии

Тема 6. Комплексное использование физических методов для изучения структуры и реакционной способности соединений в разных состояниях.

лекционное занятие (2 часа(ов)):

Комплексное использование физических методов для изучения структуры и реакционной способности соединений в разных состояниях.

практическое занятие (2 часа(ов)):

Решение задач с применением комплексного использования физических методов для изучения структуры и реакционной способности соединений в разных агрегатных состояниях.

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
3.	Тема 3. Методы магнитного резонанса (ЯМР, ЭПР).	8	5-7	подготовка домашнего задания	6	домашнее задание
				подготовка к контрольной работе	12	контрольная работа
6.	Тема 6. Комплексное использование физических методов для изучения структуры и реакционной способности соединений в разных состояниях.	8	12	подготовка домашнего задания	2	домашнее задание
				подготовка к контрольной работе	10	контрольная работа
Итого					30	

5. Образовательные технологии, включая интерактивные формы обучения

- компьютерные презентации ряда лекций;
- иллюстративное сопровождение лекций с помощью кодоскопа.

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 и химических методов исследования строения молекул (вещества).

Тема 2. Методы масс-спектрометрии.

Тема 3. Методы магнитного резонанса (ЯМР, ЭПР).

домашнее задание , примерные вопросы:

Дайте краткие пояснения по следующим вопросам: - Какие физические методы дают точную информацию о геометрии молекул в газовой фазе, о структуре кристаллов, поверхностей и т.д. Основные приемы извлечения информации из экспериментальных данных. - Какие физические методы можно использовать для получения информации о пространственной структуре молекул, конформации (-ях), конфигурации и т.д. Основные приемы извлечения информации. Сравнение возможностей разных физических методов по точности, скорости, возможностям варьирования агрегатного состояния вещества и т.д. - Какие физические методы дают информацию об электронной структуре молекул? На каких аспектах электронной структуры они "специализируются"? Может ли среда (растворитель) повлиять на распределение электронной плотности в основном состоянии молекулы, энергию электронных переходов в возбужденные состояния и почему? Раскройте содержание следующих понятий: - характеристическое время метода - блок-схема физического прибора - разрешающая способность прибора - диспергирующее устройство - регистрирующее устройство - ЭВМ в физических методах исследования - источники электромагнитного излучения - источники воздействия на вещество в резонансных методах - источники воздействия на вещество в прямых структурных

контрольная работа, примерные вопросы:

Вопросы к контрольной работе 1. Масс-спектр пропанола имеет следующий вид: m/z ? 27(14), 28(11), 29(17), 31(100), 39(6), 41(10), 42(13), 43(4), 45(5), 58(5), 59(15), 60(10). Какому из изомерных спиртов он принадлежит? Объясните пути образования основных фрагментных ионов. Каким Вы представляете себе ЯМР 1H спектр этого соединения? Охарактеризуйте наиболее важные особенности его ИК спектра. Будет ли последний зависеть от условий регистрации, температуры, концентрации в растворе, природы растворителя? 2. При окислении углеводорода $C_{12}H_{18}$ (синглет при δ 2.5 м.д.) концентрированным раствором перманганата калия образуется кислота $C_{12}H_{6}O_{12}$ (синглет при δ 13.5 м.д.). Напишите уравнение реакции. Что Вы можете сказать о пике молекулярного иона в масс-спектре исходного соединения? Каковы будут относительные интенсивности пиков $(M+1)^+$, $(M+2)^+$? 3. Спектр ЯМР 1H чистого этанола в очень чистом $CDCl_3$ содержит триплет протона OH ? группы и мультиплет метиленовых протонов. Если к раствору добавить следы HCl или H_2O , триплет сливается в единую, относительно широкую линию, а метиленовые сигналы превращаются в квартет. Предложите объяснение таких изменений.

Тема 4. Методы колебательной спектроскопии (ИК и КРС).

Тема 5. Методы электронной спектроскопии (спектроскопия в УФ и видимой области, фото- и рентгеноэлектронная спектроскопия).

Тема 6. Комплексное использование физических методов для изучения структуры и реакционной способности соединений в разных состояниях.

домашнее задание, примерные вопросы:

Решение задач по ЯМР- спектроскопии Задача 1. В спектре ПМР, снятом на спектрометре с рабочей частотой 60 МГц, проявляются резонансные частоты 120 Гц и 153 Гц в более слабом поле относительно хлористого метилена и резонансные частоты 126 Гц, 156 Гц, 213 Гц в более сильном поле относительно хлористого метилена. Рассчитайте химические сдвиги этих сигналов (в м.д.) относительно ТМС. Каковы химические сдвиги этих сигналов относительно ТМС на спектрометре с рабочей частотой 90 Гц? Задача 2. В спектре ПМР неизвестного соединения зафиксировано три сигнала с относительными интенсивностями 1:1:6. Резонансные частоты определены: 615 Гц, 605 Гц, 350 Гц относительно ТМС (рабочая частота спектрометра 100 МГц). При съемке спектра ПМР этого же соединения на спектрометре с рабочей частотой 200 МГц эти же три сигнала имеют химические сдвиги 6.125 м.д., 6.075 м.д. и 3.500 м.д. Какому из двух соединений $\text{Cl}_2\text{C}(\text{F})-\text{CH}(\text{OCH}_3)\text{Cl}$ (I) или $\text{Cl}_2\text{CH}-\text{CCl}_2-\text{CH}(\text{OCH}_3)\text{Cl}$ (II) соответствуют эти спектры? Задача 3 Каковы теоретически относительные интенсивности всех линий в спектре ПМР этилового спирта (рис.1), если центральная линия триплета метильных протонов имеет относительную интенсивность 6? Задача 4 Относительная интенсивность центральной линии септета равна 10. Каковы теоретически относительные интенсивности всех линий в спектре ПМР изопропилового спирта (рис.3)? Каково отношение относительных интенсивностей синглета ОН-группы и центральной линии септета? Задача 5 Как определено из ПМР-спектра фенилэтилсульфоксида (но не фенилэтилсульфона), два метиленовых атома водорода этильной группы неэквивалентны по своим магнитным свойствам. Объясните этот факт. К какой спиновой системе относятся фенилэтилсульфоксид ($\text{C}_6\text{H}_5\text{SOCH}_2\text{CH}_3$) и фенилэтилсульфон ($\text{C}_6\text{H}_5\text{SO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$). Задача 6 При взаимодействии метилциклогексана с трифторуксусной кислотой CF_3COOH образуются два соединения (А и Б) одной и той же формулы $\text{C}_9\text{H}_{13}\text{O}_2\text{F}_3$. В спектре ЯМР соединения А наблюдается узкий синглет (3H), которого нет в спектре соединения Б. Напишите структурные формулы для соединений А и Б. Какое из этих соединений образуется в большем количестве?

контрольная работа , примерные вопросы:

Вопросы к контрольной работе ♦ 2 1. Изобразите структурные формулы соединений А-В формулы $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$, используя следующие спектральные данные: ИК спектры: для всех соединений полосы 690, 750, 1610 и 3040 ? 3000 cm^{-1} (для А в последней области ? широкая полоса); для Б и В две интенсивные полосы при 1225 cm^{-1} . Спектры ЯМР ^1H : А ? три синглета при 3.7; 7.5 и 13.3 (уширенный) м.д.; соотношение интенсивностей 2:5:1; Б - 2.2 (синглет); 7.2 (мультиплет); соотношение интенсивностей сигналов 3:5; В - 3.7 (синглет); 7.4 (мультиплет); соотношение интенсивностей 3:5. 2. Пригоден ли, по Вашему мнению, метод электронной спектроскопии для того, чтобы следить за ходом реакций Дильса ? Альдера ? Ответ мотивируйте. 3. Установите строение вещества с брутто-формулой $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ на основании следующих данных: Спектр ЯМР ^1H (d, м.д.): 1.15 (триплет); 2.0 (синглет); 4.0 (квадруплет); соотношение интенсивностей 3:3:2 соответственно. Масс-спектр (m/e) : 88 (10), 73 (12), 70 (6), 61 (15), 45 (10), 44 (3), 43 (100), 42 (8), 29 (20), 28 (10), 27 (9), 15 (8). ИК спектр : нет поглощения в области свыше 3 000 cm^{-1} ; интенсивное поглощение при 1742 cm^{-1} , 1233 cm^{-1} и 1054 cm^{-1} . УФ спектр : λ_{max} (в гексане) 207 нм ($\lg \epsilon = 1.84$).

Тема . Итоговая форма контроля

Примерные вопросы к экзамену:

ПРИМЕРЫ БИЛЕТОВ К ЭКЗАМЕНУ

Билет ♦ 1

- 1.Общая характеристика физических методов исследования. Их отличие от химических методов. Принципиальная схема любого физического прибора. Понятие о прямой и обратной структурной задаче. Классификация ФМИ.
2. Охарактеризуйте смысл следующих терминов и понятий (поясните также, к какому или к каким физическим методам они имеют отношение):
 - химический сдвиг
 - константа сверхтонкого взаимодействия
 - импульсная спектроскопия

- спиновая плотность
- разрешенность (запрет) по симметрии переходов между энергетическими уровнями в молекулярной спектроскопии, проявление в спектрах
- фактор сходимости и его оценки

3. Задача.

Установите строение вещества с брутто-формулой $C_4H_8O_2$ на основании следующих данных:

Спектр ЯМР 1H (d , м.д.): 1.15 (триплет); 2.0 (синглет); 4.0 (квадруплет); соотношение интенсивностей 3:3:2 соответственно.

Масс-спектр (m/e) : 88 (10), 73 (12), 70 (6), 61 (15), 45 (10), 44 (3), 43 (100), 42 (8), 29 (20), 28 (10), 27 (9), 15 (8).

ИК спектр : нет поглощения в области свыше 3 000 cm^{-1} ; интенсивное поглощение при 1742 cm^{-1} , 1233 cm^{-1} и 1054 cm^{-1} .

УФ спектр : I_{max} (в гексане) 207 нм ($lg \epsilon = 1.84$).

Билет ♦ 2

1. Метод масс-спектрометрии, основы теории и эксперимента. Расшифровка масс-спектров, общие приемы и правила.

2. Охарактеризуйте смысл следующих терминов и понятий (поясните также, к какому или к каким физическим методам они имеют отношение):

- мультиплет первого порядка и мультиплеты высшего порядка
- g - фактор электрона
- характеристическая частота
- фактор сходимости и его оценки
- потенциал появления, потенциал ионизации (вертикальный и адиабатический)
- пик молекулярного иона, пики изотопных ионов, фрагментные ионы (ион-радикалы).

3. Задачи

а) Пригоден ли, по Вашему мнению, метод электронной спектроскопии для того, чтобы следить за ходом реакции Дильса - Альдера ? Ответ мотивируйте.

б) Охарактеризуйте спектры ЯМР 1H дифтор- и дихлорэтиленов. Будут ли они отличаться друг от друга, и, если "да", то чем?

Билет ♦ 3

1. Методы колебательной спектроскопии. Общая характеристика. ИК спектроскопия. Основы теории и техники эксперимента. Использование в структурных целях и для изучения реакционной способности.

2. Раскройте содержание следующих понятий:

- характеристическое время метода
- блок-схема физического прибора
- разрешающая способность прибора
- диспергирующее устройство
- регистрирующее устройство

3. Задача.

Изобразите структурные формулы соединений А-В формулы $C_8H_8O_2$, используя следующие спектральные данные:

ИК спектры: для всех соединений полосы 690, 750, 1610 и 3040 - 3000 cm^{-1} (для А в последней области - широкая полоса); для Б и В две интенсивные полосы при 1225 cm^{-1} .

Спектры ЯМР ^1H : А - три синглета при 3.7; 7.5 и 13.3 (уширенный) м.д.; соотношение интенсивностей 2:5:1;
Б - 2.2 (синглет); 7.2 (мультиплет); соотношение интенсивностей сигналов 3:5;
В - 3.7 (синглет); 7.4 (мультиплет); соотношение интенсивностей 3:5.

7.1. Основная литература:

1. Каратаева Ф.Х., Клочков В.В. Спектроскопия ЯМР в органической химии. Часть I. 2013. (Для студентов и аспирантов химического и биологического факультетов) Подробности: http://kpfu.ru/publication?p_id=68614
2. Шабаров Ю. С. Органическая химия. [Электронный ресурс] - 5-е изд., стер. - Санкт-Петербург: Лань, 2011. - 848 с.
Режим доступа: http://e.lanbook.com/books/element.phppl1_cid=25&pl1_id=4037
3. Федотов М.А. Ядерный магнитный резонанс в неорганической и координационной химии. Растворы и жидкости. [Электронный ресурс] - М.: Физматлит, 2010. - 384 с.
Режим доступа: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=25&pl1_id=2151

7.2. Дополнительная литература:

1. Сергеев Н.А. Сергеев, Н. А. Основы квантовой теории ядерного магнитного резонанса : монография / Н. А. Сергеев, Д. С. Рябушкин. - М. : Логос, 2013. - 272 с. Режим доступа: <http://znanium.com/bookread.php?book=469025>
2. Травень В. Ф. Травень, В. Ф. Органическая химия. Том 2 [Электронный ресурс] : учебное пособие для вузов : в 3 т. / В. Ф. Травень. - 3-е изд. (эл.). - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. - 517 с.
Режим доступа: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=8693
3. Молекулярная спектроскопия: основы теории и практика: Учебное пособие / Под ред. проф. Ф.Ф. Литвина. - М.: НИЦ Инфра-М, 2013. - 263 с. режим доступа: <http://znanium.com/bookread.php?book=352873>
4. Каратаева Ф.Х., Клочков В.В. // Спектроскопия ЯМР ^1H и ^{13}C в органической химии.- Казань, 2007.- 154 с.
5. Современные физико-химические методы исследования в органической химии : учебно-методическое пособие к спецпрактикуму по физическим и физико-химическим методам исследования / Казан. федер. ун-т, Хим. ин-т им. А. М. Бутлерова ; [авт.-сост.: к.х.н. В. А. Бурилов и др.] .? Казань : [Казанский университет], 2014 .? 131 с.

7.3. Интернет-ресурсы:

База данных характеристик химических соединений - <http://nmrshiftdb.nmr.uni-koeln.de>
База химических и физико-химических свойств соединений, 2013 - <http://chemeo.com>
Материалы курса для студентов Факультета молекулярной и биологической физики МФТИ, 2012 - <http://lectoriy.mipt.ru/>
Материалы курса "Физические методы исследования макромолекул и биологических объектов" для студентов Саратовского государственного университета, 2012. - <http://optics.sgu.ru/library/education/structurestudy>
Спектральная база данных органических соединений, 2012 - http://sdfs.riodb.aist.go.jp/sdfs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины(модуля)

Освоение дисциплины "Физические методы исследования" 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.

Компьютерный класс, представляющий собой рабочее место преподавателя и не менее 15 рабочих мест студентов, включающих компьютерный стол, стул, персональный компьютер, лицензионное программное обеспечение. Каждый компьютер имеет широкополосный доступ в сеть Интернет. Все компьютеры подключены к корпоративной компьютерной сети КФУ и находятся в едином домене.

Учебно-методическая литература для данной дисциплины имеется в наличии в электронно-библиотечной системе "БиблиоРоссика", доступ к которой предоставлен студентам. В ЭБС "БиблиоРоссика" представлены коллекции актуальной научной и учебной литературы по гуманитарным наукам, включающие в себя публикации ведущих российских издательств гуманитарной литературы, издания на английском языке ведущих американских и европейских издательств, а также редкие и малотиражные издания российских региональных вузов. ЭБС "БиблиоРоссика" обеспечивает широкий законный доступ к необходимым для образовательного процесса изданиям с использованием инновационных технологий и соответствует всем требованиям федеральных государственных образовательных стандартов высшего профессионального образования (ФГОС ВПО) нового поколения.

Учебно-методическая литература для данной дисциплины имеется в наличии в электронно-библиотечной системе "ZNANIUM.COM", доступ к которой предоставлен студентам. ЭБС "ZNANIUM.COM" содержит произведения крупнейших российских учёных, руководителей государственных органов, преподавателей ведущих вузов страны, высококвалифицированных специалистов в различных сферах бизнеса. Фонд библиотеки сформирован с учетом всех изменений образовательных стандартов и включает учебники, учебные пособия, УМК, монографии, авторефераты, диссертации, энциклопедии, словари и справочники, законодательно-нормативные документы, специальные периодические издания и издания, выпускаемые издательствами вузов. В настоящее время ЭБС ZNANIUM.COM соответствует всем требованиям федеральных государственных образовательных стандартов высшего профессионального образования (ФГОС ВПО) нового поколения.

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.

Компьютерный проектор, кодоскоп.

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВПО и учебным планом по направлению 04.03.01 "Химия" и профилю подготовки Аналитическая химия .

Автор(ы):

Чмутова Г.А. _____

"__" _____ 201__ г.

Рецензент(ы):

Антипин И.С. _____

"__" _____ 201__ г.