

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



УТВЕРЖДАЮ
Проректор по образовательной деятельности КФУ
Проф. Д.А. Таюрский

_____» _____ 20__ г.

подписано электронно-цифровой подписью

Программа дисциплины

Физические методы исследования Б1.Б.25

Специальность: 04.05.01 - Фундаментальная и прикладная химия

Специализация: Физическая химия

Квалификация выпускника: Химик. Преподаватель химии

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 714919

Казань
2019

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.Б.25 Дисциплины (модули)" основной образовательной программы 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия и относится к базовой (общепрофессиональной) части. 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-7 (общекультурные компетенции)	готовностью к саморазвитию, самореализации, использованию творческого потенциала
ОПК-1 (профессиональные компетенции)	способностью воспринимать, развивать и использовать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач

Шифр компетенции	Расшифровка приобретаемой компетенции
ОПК-3 (профессиональные компетенции)	способностью использовать теоретические основы фундаментальных разделов математики и физики в профессиональной деятельности
ПК-2 (профессиональные компетенции)	владением навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований
ПК-3 (профессиональные компетенции)	владением системой фундаментальных химических понятий и методологических аспектов химии, формами и методами научного познания
ПК-4 (профессиональные компетенции)	способностью применять основные естественнонаучные законы при обсуждении полученных результатов
ПК-5 (профессиональные компетенции)	способностью приобретать новые знания с использованием современных научных методов и владение ими на уровне, необходимом для решения задач, имеющих естественнонаучное содержание и возникающих при выполнении профессиональных функций (ПК-5);

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.

4. должен демонстрировать способность и готовность:

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 $\text{C}_{12}\text{H}_{18}$ (синглет при δ 2.5 м.д.) концентрированным раствором перманганата калия образуется кислота $\text{C}_{12}\text{H}_6\text{O}_{12}$ (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 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 3000 cm^{-1} ; интенсивное поглощение при 1742 cm^{-1} , 1233 cm^{-1} и 1054 cm^{-1} . УФ спектр: λ_{max} (в гексане) 207 нм ($\lg \epsilon = 1.84$).

Итоговая форма контроля

экзамен (в 8 семестре)

Примерные вопросы к экзамену:

Билеты к экзамену по курсу "Физические методы исследования"

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):
3. Задача.

Билет 2

1. Общая характеристика физических методов исследования. Их

классификация и специализация на решении тех или иных структурных задач. Понятия характеристического времени метода, чувствительности, разрешающей способности прибора.

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

3. Задача.

Билет ♦ 3

1. Метод спектроскопии комбинационного рассеяния света. Основы теории и техники эксперимента. Использование в структурных целях. Сравнение с методом ИК - спектроскопии.

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

3. Задача.

Билет ♦ 4

1. . Двойной (множественный) резонанс в радиоспектроскопии.

Двумерная спектроскопия. Использование в химии.

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

3. Задача.

Билет ♦ 5

1. Сравнительная характеристика различных методов электронной спектроскопии (УФ- и видимая, ФЭС, РЭС, РФС). Важнейшие направления использования этих методов в химии.

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

3. Задача.

Билет ♦ 6

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):

3. Задача.

Билет ♦ 7

1. Сравнение возможностей различных физических методов в плане характеристики пространственной структуры химических соединений.

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

3. Задача.

Билет ♦ 8

1. Сравнение возможностей различных физических методов в плане характеристики электронной структуры химических соединений.

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

3. Задача.

Билет ♦ 9

1. Общая характеристика дифракционных методов (электроннография,

нейтронография, рентгеноструктурный анализ). Основы теории и эксперимента. Основные приемы извлечения информации из экспериментальных данных. Сравнение данных эксперимента с результатами квантово-химических расчетов структуры.

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

3. Задача.

Билет ♦ 10

1. Основы рентгеноструктурного анализа. Этапы расшифровки структуры . Достоинства и недостатки метода. Применение в химии.

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

3. Задача.

Билет ♦ 11

1 Спектроскопия ЯМР тяжелых ядер в сравнении с методом ПМР -спектроскопии. Применение методов ЯМР - спектроскопии для решения задач , связанных с характеристикой структуры и реакционной способности химических соединений.

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

3. Задача.

Билет ♦ 12

1. Возможности различных физических методов по обнаружению и характеристике интермедиатов в химических реакциях.

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

3. Задача.

Билет ♦ 13

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

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

3. Задача.

Билет ♦ 14

1. Основы теории радиоспектроскопии (ЯМР, ЭПР). Важнейшие направления использования методов ЯМР и ЭПР в химии.

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

3. Задача.

Билет ♦ 15

1. Метод ядерного магнитного резонанса. Основы теории и техники эксперимента. Применение в химии.

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

3. Задача.

Билет ♦ 16

1. Метод электронного парамагнитного резонанса. Основы теории и техники эксперимента. Применение в химии.
2. Охарактеризуйте смысл следующих терминов и понятий (поясните также, к какому или к каким физическим методам они имеют отношение):
3. Задача.

Билег ♦ 17

1. Метод дипольных моментов. Измерение дипольных моментов в газовой фазе и растворах. Расчеты дипольных моментов по векторной аддитивной схеме и методами квантовой химии. Применение метода для характеристики электронной и пространственной структуры соединений, изучения межмолекулярных взаимодействий.
2. Охарактеризуйте смысл следующих терминов и понятий (поясните также, к какому или к каким физическим методам они имеют отношение):
3. Задача.

Типы вопросов к билетам (второй пункт)

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

- 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 методах
- экранирование, постоянная экранирования
- химический сдвиг
- константа спин-спинового взаимодействия
- константа сверхтонкого взаимодействия
- двойной резонанс
- импульсная спектроскопия
- магнитная эквивалентность (неэквивалентность) ядер в смысле химического сдвига и спин-спинового взаимодействия
- "развязка от протонов"
- мультиплет первого порядка и мультиплеты высшего порядка
- g - фактор электрона
- "спиновая плотность" и "плотность неспаренного электрона"
- характеристическая частота
- тип (симметрия) колебания
- разрешенность (запрет) по симметрии переходов между энергетическими уровнями в молекулярной спектроскопии, проявление в спектрах
- правила отбора в молекулярной спектроскопии
- правила отбора в колебательной (ИК и КР) спектроскопии
- обертоны, "горячая" частота, "составная" частота, резонанс Ферми
- электромагнитный спектр и его диапазоны
- фактор сходимости и его оценки

-составляющие рассеяния света веществами молекулярного строения

-потенциал появления, потенциал ионизации (вертикальный и адиабатический):их связь со строением молекул

-пик молекулярного иона, пики изотопных ионов, фрагментные ионы (ион-радикалы): их связь со строением молекул

- 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?

Типы задач к билетам (третий пункт)

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

Спектр ЯМР 1H (, 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 : max (в гексане) $207\ nm$ ($I_g = 1.84$).

2. 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 $1225\ cm^{-1}$.

ПМР спектры: 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.

3. Перечислите в порядке возрастания энергии типы электронных переходов, которых можно ожидать в метиленимине $CH_2=NH$.

4. Объясните, почему полоса поглощения триметиламина при $2273\ nm$ исчезает в кислом растворе.

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

6. Назовите наиболее важные характеристики ИК- и масс-спектров этанола и бромбензола.

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

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 ¹³C 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 специальности: 04.05.01 "Фундаментальная и прикладная химия" и специализации Физическая химия .

Автор(ы):

Чмутова Г.А. _____

"__" _____ 201__ г.

Рецензент(ы):

Антипин И.С. _____

"__" _____ 201__ г.