

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»
Колледж

Утверждена на заседании
Ученого совета колледжа
22 марта 2019 г.
Протокол №6

Рабочая программа дисциплины

Физико-химические методы исследования

Специальность
18.02.12 Технология аналитического контроля химических соединений

Квалификация

Форма обучения
очная

Улан-Удэ
2019

Пояснительная записка

Цели освоения дисциплины

Углубление знаний и навыков в области физических методов исследования химических соединений, ознакомление с их теоретическими основами и возможностями практического использования.

Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина является частью образовательной программы по специальности 18.02.12.02 Технологии аналитического контроля химических соединений.

Планируемые результаты обучения по дисциплине.

В результате освоения дисциплины студент должен:

Знать:

- теоретические основы масс-спектрометрических, термических и спектроскопических методов исследования;
- аппаратное оформление изученных методов.

Уметь:

- рационально выбирать физические методы исследования строения вещества для решения поставленной задачи;
- интерпретировать полученные результаты;
- работать со справочным материалом, атласами, базами данных спектров различных соединений.

Владеть:

Планируемые результаты освоения образовательной программы:

- ПК 2.2. - Проводить качественный и количественный анализ неорганических и органических веществ химическими и физико-химическими методами.

Соотнесение планируемых результатов обучения по дисциплине с планируемыми результатами освоения образовательной программы содержится в Паспорте компетенций по образовательной программе и фонде оценочных средств по дисциплине.

Объем дисциплины в зачетных единицах с указанием количества часов, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем и на самостоятельную работу обучающихся

Общая трудоемкость дисциплины составляет 0 зачетные единицы, 0 часа.

№	Название разделов дисциплины	Лекция	Лабораторная работа	Самостоятельная работа
Семестр 8		18	36	14
1	Спектральные методы анализа	9	16	14
2	Термические методы анализа, Микроскопия, Масс-спектрометрия	9	20	

Тематическое планирование курса

Спектральные методы анализа

Семестр 8

Введение

Лекция. 2(0) ч. Физические модели атомов и молекул. Методы определения физических свойств. Общая характеристика и классификация методов. Спектроскопические, дифракционные, электрические и магнитные методы. Энергетические характеристики различных методов. Чувствительность и разрешающая способность метода. Характеристическое время метода. Интеграция методов.

УФ-спектроскопия

Лекция. 2(0) ч. Эмиссионная УФ спектроскопия как метод исследования двухатомных молекул. Вероятности переходов между электронно-колебательно –вращательными состояниями. 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 анализе. О специфике электронных спектров поглощения различных классов соединений.

Спектры сопряженных систем и пространственные эффекты в электронных спектрах поглощения. Техника спектроскопии в видимой и УФ областях.

Лабораторная работа. 8(0) ч. Получение и анализ УФ-спектров следующих веществ: анилина, анизола, хинона, мета-бензойной кислотыю

ИК-спектроскопия

Лекция. 2(0) ч. Квантовомеханический подход к описанию колебательных спектров. Правила отбора и интенсивность в ИК поглощении. Классическая задача о колебаниях многоатомных молекул. Применение методов колебательной спектроскопии для качественного и количественного анализов и другие применения в химии.

Самостоятельная работа. 6(0) ч. Спектроскопия комбинационного рассеивания (КР). Сопоставление ИК и КР спектров и выводы о симметрии молекулы. Характеристичность нормальных колебаний. Специфичность колебательных спектров. Исследования динамической изомерии, равновесий, кинетики реакций.

Лабораторная работа. 8(0) ч. Техника и методики ИК-спектроскопии. Аппаратура ИК-спектроскопии, прозрачные материалы, приготовление образцов.

ЯМР-спектроскопия

Лекция. 3(0) ч. 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. Относительный химический сдвиг, его определение и использование в химии. Спин-спиновое взаимодействие ядер, его природа, число компонент мультиплетов, распределение интенсивности, правило сумм. Применение спектров ЯМР в химии.

Самостоятельная работа. 8(0) ч. 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. Относительный химический сдвиг, его определение и использование в химии. Спин-спиновое взаимодействие ядер, его природа, число компонент мультиплетов, распределение интенсивности, правило сумм. Применение спектров ЯМР в химии. Техника и методика эксперимента. Структурный анализ. Химическая поляризация ядер. Блок-схема спектрометра ЯМР, типы спектрометров. Характер образцов. Принципы спектроскопии электронного парамагнитного (спинового) резонанса. Условие ЭПР. g-Фактор и его значение.

Термические методы анализа, Микроскопия, Масс-спектрометрия

Семестр 8

Термические методы анализа

Лекция. 2(0) ч. Обзор основных методов термического анализа, приципы работы приборов ДТА, ТГА, ДСК. Обзор основных факторов влияющих на результаты термоаналитического исследования. Температурное поле термоинертного вещества в условиях эксперимента. Области применения термоаналитических исследований: термометрия, энтальпиометрия, кинетика гетерогенных процессов, анализ чистоты веществ.

Лабораторная работа. 9(0) ч. TG- и DSC-измерения оксалата кальция, полибензимидазола, композиционного материала. Получение и анализ масс-спектров.

Масс-спектроскопия

Лекция. 3(0) ч. Методы ионизации: электронный удар, фотоионизация, электростатическое неоднородное поле, химическая ионизация. Комбинированные методы. Ионный ток и сечение ионизации. Потенциалы появления ионов. Диссоциативная ионизация. Типы ионов в масс-спектрометрах. Принципиальная схема масс-спектрометра Демпстера. Фокусирующее действие однородного поперечного магнитного поля. Электростатическая фокусировка. Двойная фокусировка. Разрешающая сила масс-спектрометра. Ионный источник. Система напуска. Молекулярное течение газа. Время пролетный масс- спектрометр. Квадрупольный масс-спектрометр. Спектрометр ионциклотронного резонанса. Применение масс-спектрометрии.

Лабораторная работа. 9(0) ч. Анализ продуктов деструкции полимеров (полиамида, полибензимидазола, полиимида) с помощью приставки с масс-селективным детектором

Микроскопия

Лекция. 4(0) ч. Сканирующая Электронная микроскопия, Просвечивающая электронная микроскопия. Атомно-силовая микроскопия.

Лабораторная работа. 2(0) ч. Анализ ПЭМ- и СЭМ-изображений.

БРС

Семестр	Контрольные точки	Баллы
8	Текущий контроль в разделе «Спектральные методы анализа»	
	Активная работа на семинаре	60
8	Зачет	
	Активная работа на семинаре	40
Итого за семестр 8:		100

Учебно-методическое и информационное обеспечение учебного процесса

Образовательные технологии (в том числе на занятиях, проводимых в интерактивных формах).

Преподавание предусматривает, в основном, применение традиционных образовательных технологий (лекции, семинарские, лабораторные занятия, опросы, контрольная работа, подготовка рефератов).

Инновационные технологии: лекция - беседа, лекция - дискуссия, выполнение проблемного задания

Учебно-методические материалы

Учебно-методические материалы, в том числе методические указания для обучающихся по освоению дисциплины

По данной дисциплине разработан фонд оценочных средств, содержащий перечень компетенций, с указанием этапов их формирования в процессе освоения образовательной программы; описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования, описание шкал оценивания; типовые контрольные задания и материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы; методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций.

Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине

По данной дисциплине разработано учебно-методическое обеспечение для самостоятельной работы обучающихся и размещено в электронной информационно-образовательной среде университета (личном кабинете студента).

Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации обучающихся по дисциплине

По данной дисциплине разработан фонд оценочных средств, содержащий перечень компетенций, с указанием этапов их формирования в процессе освоения образовательной программы; описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования, описание шкал оценивания; типовые контрольные задания и материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы; методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций.

- [ФОС колледж ФХМИ.doc](#)

Список литературы

Перечень основной и дополнительной литературы, необходимой для освоения дисциплины.

Основная

1. [Физические методы исследования и их практическое применение в химическом анализе](#): учебное пособие : [для студентов, аспирантов и др. специалистов химических и биологических факультетов педагогических вузов]/Н. Г. Ярышев, Д. А. Панкратов [и др.]; М-во образования и науки Рос. Федерации, Федер. гос. бюджет. образоват. учреждение высш. проф. образования "Моск. пед. гос. ун-т". —Москва: Прометей, 2012. —160 с.
Режим доступа: <http://www.book.ru/book/911662>
2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие по спец. 020101 "Химия" напр. подгот. 020100 "Химия"/[Т. Г. Баличева [и др.] ; под ред. А. Б. Никольского. —М.: Академия, 2006. —438 с.
3. [Спектральные методы анализа. Практическое руководство](#)/Васильева В.И., Стоянова О.Ф., Шкутина И.В., Карпов С.И.. —Москва: Лань", 2014
Режим доступа: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=50168

Дополнительная

1. [Современные методы оптической спектроскопии технологических сред](#): Учебное пособие для вузов/Киреев С. В., Шнырев С. Л.. —Москва: Юрайт, 2022. —147 с.
Режим доступа: <https://urait.ru/bcode/495031>
2. [Инфракрасная спектроскопия твердотельных систем пониженной размерности](#)/Ефимова А. И., Головань Л. А., Кашкаров П. К., Сенявин В. М., Тимошенко В. Ю.. —Санкт-Петербург: Лань, 2021. —248 с.
Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/169252>
3. Сидоренко В. М. Молекулярная спектроскопия биологических сред: учеб. пособие для вузов по напр. "Биомедицинская техника" и "Биомедицинская инженерия"/В. М. Сидоренко. —М.: Высшая школа, 2004.

Перечень ресурсов информационно-коммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины

Федеральный портал. Российское образование. <http://www.edu.ru/>
Российский образовательный портал. <http://www.school.edu.ru/default.asp> Естественный научно-образовательный портал. <http://www.en.edu.ru/> Информационно-коммуникационные технологии в образовании. <http://www.ict.edu.ru/> Российский портал открытого образования. <http://www.openet.edu.ru/>
Программное обеспечение и информационные справочные системы Microsoft Office (Access, Excel, Power Point, Word и т.д.)
Портал электронного обучения БГУ e.bsu.ru
Личный кабинет преподавателя или студента БГУ <http://my.bsu.ru/>
Федеральное интернет-тестирование: проекты «Интернет-тренажеры в сфере профессионального образования» и «Федеральный интернет-экзамен в сфере профессионального образования»
База данных «Университет»
Электронные библиотечные системы: Руконт, издательство «Лань», Консультант студента

Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине, включая перечень программного обеспечения и информационных справочных систем (при необходимости)

Описание материально-технической базы, необходимой для осуществления образовательного процесса по дисциплине

Лекционные и семинарские занятия: ноутбук, проектор, экран, пульт для презентаций с указкой, доска, мел, наглядные материалы и таблицы.

Лабораторные занятия: вытяжной шкаф, лабораторные столы и стулья, демонстрационные и справочные материалы, инструкции и таблицы, порошковый рентгеновский дифрактометр D8 ADVANCE, синхронный термический анализатор STA 449C в сопряжении с квадрупольным масс-спектрометром QMS 403C Aeolos, установка дифференциального термического анализа ДТА-500, динамический механический анализатор DMA 242 C, ИК-спектрометр ALPHA (Bruker), универсальная машина Инстрон 3367.

Автор: Бурдуковский Виталий Федорович

Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры общей и аналитической химии от 20 февраля 2019 г. Протокол №6.

Рабочая программа одобрена на заседании Учебно-методической комиссии Колледж от 15 марта 2019 г. Протокол №6.

Паспорт фонда оценочных средств

по учебной дисциплине физико-химические методы исследования

18.02.12.02 технология аналитического контроля химических соединений

№	Контролируемые разделы, темы, модули	Наименование компетенции	Этапы формирования	Оценочные средства	Количество
1	Спектроскопия	<i>ПК-2</i> : владение теорией и навыками практической работы в избранной области химии	<i>8 семестр</i>	Комплект тематик для дискуссии Комплект тем для конспекта Выполнение и оформление отчетности по лабораторной работе	1 1 1
2	Дифракционные методы исследования	<i>ПК-2</i> : владение теорией и навыками практической работы в избранной области химии	<i>8 семестр</i>	Комплект тематик для дискуссии Комплект тем для конспекта Выполнение и оформление отчетности по лабораторной работе	1 1 1
3	Резонансные методы исследования	<i>ПК-2</i> : владение теорией и навыками практической работы в избранной области химии	<i>8 семестр</i>	Комплект тематик для дискуссии Комплект тем	1 1

				для конспекта	
				Выполнение и оформление отчетности по лабораторной работе	1
4	Термоаналитические методы	<i>ПК-2:</i> владение теорией и навыками практической работы в избранной области химии	<i>8 семестр</i>	Комплект тематик для дискуссии	1
				Комплект тем для конспекта	1
				Выполнение и оформление отчетности по лабораторной работе	1
5	Методы масс-спектрометрии	<i>ПК-2:</i> владение теорией и навыками практической работы в избранной области химии	<i>8 семестр</i>	Комплект тематик для дискуссии	1
				Комплект тем для конспекта	1
				Выполнение и оформление отчетности по лабораторной работе	1
6	Методы анализа механических свойств	<i>ПК-2:</i> владение теорией и навыками практической работы в избранной области химии	<i>8 семестр</i>	Комплект тематик для дискуссии	1
				Комплект тем для конспекта	1
				Выполнение и оформление отчетности по лабораторной работе	1

Экзаменационные билеты

по учебной дисциплине Физико-химические методы исследования

18.0.2.12 Технология аналитического контроля химических соединений

Очная форма обучения

ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»

Химический факультет

Кафедра общей и аналитической химии

Экзаменационный билет №1

1. Какие исследовательские задачи можно решать, используя метод ЭПР?
2. ИК-область электромагнитного излучения. Концепция групповых частот и молекулярный структурный анализ. Обертон.
3. Найдите значения коэффициентов экстинкции (ϵ) для максимумов электронного спектра поглощения (оптическая плотность $A=1.35$; 1.17 ; 0.70 ; 0.52) окрашенного в красный цвет противоопухолевого антибиотика рубомицина $M=560.8$ г/моль⁻¹. Его спектр получен для раствора $4,49$ мг вещества в 250 мл этанола при толщине кюветы 1 см.

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»

Химический факультет

Кафедра общей и аналитической химии

Экзаменационный билет №2

1. На каких физических принципах (эффектах) основан метод ЭПР?
2. Электронная спектроскопия.
3. Имеются УФ-спектры поглощения этанольных растворов ряда аминокислот X, Y и Z при $C=10^{-4}$ моль/л и длине оптического пути $l=10$ мм. Оптические плотности растворов составляют 1.35 для X, 1.17 для Y, 0.7 и $0,52$ для Z. Определите значения мольных коэффициентов поглощения.

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»

Химический факультет

Кафедра общей и аналитической химии

Экзаменационный билет №3

1. Что называют спектром ЭПР, в каком виде он может быть представлен?
2. Физические основы метода электронной спектроскопии. Закон Бугер-Бера.
3. Приведите общий вид ПМР-спектра для нитроэтана.

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»

Химический факультет

Кафедра общей и аналитической химии

Экзаменационный билет №4

1. Назовите основные параметры спектра ЭПР, как они определяются и какую информацию содержат?
2. Анализ многокомпонентных систем. Аддитивность оптической плотности.
3. Образец содержит $2.5 \cdot 10^{14}$ парамагнитных частиц со спином $\frac{1}{2}$. Сколько частиц (N_1 и N_2) при $T=300$ К находится в состоянии с энергией E_1 ($m_s=-\frac{1}{2}$) и E_2 ($m_s=+\frac{1}{2}$), если магнитная индукция B равна 0.34 Т. Считать g -фактор равным 2.0023 .

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»

Химический факультет

Кафедра общей и аналитической химии

Экзаменационный билет №5

1. Описание метода ЯМР. Физические основы метода.
2. Классификация электронных переходов. Гипсохромный сдвиг. Батохромный сдвиг. Гиперхромный эффект. Гипохромный эффект.
3. Образец содержит $2.5 \cdot 10^{14}$ парамагнитных частиц со спином $\frac{1}{2}$. Сколько частиц (N_1 и N_2) при $T=300$ К находится в состоянии с энергией E_1 ($m_s=-\frac{1}{2}$) и E_2 ($m_s=+\frac{1}{2}$), если магнитная индукция B равна 1.25 Т. Считать g -фактор равным 2.0023.

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»

Химический факультет

Кафедра общей и аналитической химии

Экзаменационный билет №6

1. Задачи, решаемые методом ЯМР.
2. Правила отбора для электронных переходов. Правила отбора по мультиплетности. Правила отбора по симметрии. Запрещенные переходы.
3. Определить отношение в заселенностях энергетических уровней N_1/N_2 (N_1 и N_2 – заселенности нижнего и верхнего уровней), возникающих при взаимодействии магнитных моментов неспаренных электронов с внешним полем 0.3 Тл для комнатной температуры 298 К. g -фактор равен 2,0023.

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»

Химический факультет

Кафедра общей и аналитической химии

Экзаменационный билет №7

1. Основное уравнение резонанса в методе ЯМР.
2. УФ-спектроскопия. Характерная область электромагнитного излучения. Примеры соединений, поглощающих в этой области.
3. Определить отношение в заселенностях энергетических уровней N_1/N_2 (N_1 и N_2 – заселенности нижнего и верхнего уровней), возникающих при взаимодействии магнитных моментов неспаренных электронов с внешним полем 0.3 Тл для температуры жидкого азота 77 К. g-фактор равен 2,0023.

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»

Химический факультет

Кафедра общей и аналитической химии

Экзаменационный билет №8

1. Основные параметры ЯМР, которые являются носителями информации.
2. Флуоресценция. Фосфоресценция.
3. Сигнал ЭПР радикала $\text{NO}_2\cdot$ в кристаллической матрице на спектрометре с рабочей частотой $\nu_0=9.302$ ГГц представлен двумя пиками: при $B_1=333,64$ мТ и при $B_2=331.94$ мТ. Определите значения g_1 и g_2 .

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»

Химический факультет

Кафедра общей и аналитической химии

Экзаменационный билет №9

1. Рентгенография. Рентгеноструктурный анализ (РСА). Рентгенофазовый анализ (РФА).
2. Работа лазера.
3. Определить значения g-фактора для радикалов X и Y, если для них получены резонансные сигналы при $B=0,33364$ Т (для X) и $B=0,33194$ Т (для Y) на ЭПР-спектрометре с рабочей частотой $\nu_0=9.302 \cdot 10^9$ Гц.

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»

Химический факультет

Кафедра общей и аналитической химии

Экзаменационный билет №10

1. Разрешающая способность ЯМР-спектрометра.
2. Масс-спектрометрия.
3. Привести общий вид спектра ЭПР радикала $CF_3\cdot$.

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

Критерии оценки:

36–40 баллов выставляется студенту, если приведены полные правильные решения, ответы грамотно аргументированы.

31–35 баллов выставляется студенту, если допущены незначительные погрешности при ответах на вопросы, аргументация была неполной.

25-30 баллов выставляется студенту, если в ответах на некоторые вопросы допущены грубые ошибки, часть выводов не аргументирована или аргументирована неправильно.

0–24 балла выставляется студенту, если результат неудовлетворительный: ответы на 60 и более % процентов вопросов ошибочны, большинство выводов не аргументированы или аргументированы неправильно.

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

(подпись)

Перечень дискуссионных тем на практическом занятии (семинаре)

по учебной дисциплине **Физические методы исследования**

1. Спектроскопия

Теоретические основы спектроскопических методов исследования. Природа электромагнитного излучения, различные типы его взаимодействия с веществом. Основные характеристики излучения (частота, длина волны, волновое число). Электронные, колебательные, вращательные, спиновые и ядерные переходы как результат различных типов внутриатомных или внутримолекулярных взаимодействий, определяющих соответствующую спектральную область. Спектры испускания, поглощения и рассеяния атомов, ионов и молекул. Важнейшие характеристики спектральных линий (положение, интенсивность, ширина).

Проблемы получения и регистрации спектров.

Принципиальная схема спектроскопических измерений в любой области спектра. Основные узлы спектральной установки. Источники электромагнитного излучения (нагретые тела, газоразрядные источники, лазеры, рентгеновские трубки, излучатели), конкретные примеры использования различных источников излучения в различных спектральных областях. Монохроматизация излучения, блок-схемы спектрометров, их классификация (монохроматоры, полихроматоры, светофильтры). Характеристики спектральных приборов - разрешающая сила, дисперсия, светосила, аппаратная функция. Критерий Рэлея в оценке разрешающей силы. Различные типы светофильтров, области их применения. Приемники излучения (фотографические, фотоэлектрические, счет фотонов) основные достоинства и недостатки. Характеристическая кривая фотоэмульсии. Фотометрирование спектрограмм. Достоинства и недостатки

фотоэлектрических детекторов. Понятие о шумах, различные типы шумов. Регистрация отдельных фотонов (счет фотонов).

Методы колебательной спектроскопии. Инфракрасные спектры и комбинационное рассеяние света.

Квантовомеханический подход к описанию 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. Классическая задача о колебаниях многоатомных молекул. Частоты и формы нормальных колебаний молекул. Анализ нормальных колебаний молекулы по экспериментальным данным. Сопоставление ИК и КР спектров и выводы о симметрии молекулы. Характеристичность нормальных колебаний. Применение методов колебательной спектроскопии для качественного и количественного анализов и другие применения в химии. Специфичность колебательных спектров. Исследования динамической изомерии, равновесий, кинетики реакций. Техника и методики ИК спектроскопии и спектроскопии КР. Аппаратура ИК спектроскопии, прозрачные материалы, приготовление образцов. Аппаратура спектроскопии КР, преимущества лазерных источников возбуждения.

Методы электронной спектроскопии. Спектроскопия в видимой и ультрафиолетовой области.

Эмиссионная УФ спектроскопия как метод исследования двухатомных молекул. Вероятности переходов между электронно-колебательно-вращательными состояниями. 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 и пространственные эффекты в электронных спектрах поглощения. Техника спектроскопии в видимой и УФ областях.

2. Дифракционные методы исследования.

Природа рентгеновских спектров. Взаимосвязь рентгеновских спектров поглощения и характеристических спектров испускания. Зависимость частоты перехода краев поглощения или линий испускания от величины порядкового номера элемента (закон Мозли). Классификация рентгеновских методов анализа. Анализ по первичному рентгеновскому излучению (рентгеноэмиссионный). Анализ по вторичному рентгеновскому излучению (рентгенофлуоресцентный). Закон Брэгга - Вульфа. Рентгеноабсорбционный анализ. Природа критических краев поглощения. Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (электронная спектроскопия для химического анализа - ЭСХА). Метод ЭСХА как непосредственный экспериментальный метод измерения величины энергии химической связи. Возможности ЭСХА для анализа поверхностей. Взаимосвязь рентгеновских спектров поглощения и характеристических спектров испускания. Закон Мозли. Закон Брэгга - Вульфа. Рентгеноабсорбционный анализ. Природа критических краев поглощения.

3. Резонансные методы исследования органических соединений ЯМР и ЭПР

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. Относительный химический сдвиг, его определение и использование в химии. Спин-спиновое взаимодействие ядер, его природа, число компонент мультиплетов, распределение

интенсивности, правило сумм. Применение спектров ЯМР в химии. Техника и методика эксперимента. Структурный анализ. Химическая поляризация ядер. Блок-схема спектрометра ЯМР, типы спектрометров. Характер образцов. Принципы спектроскопии электронного парамагнитного (спинового) резонанса. Условие ЭПР. g-Фактор и его значение. Сверхтонкое расщепление сигнала ЭПР при взаимодействии с одним и несколькими ядрами. Число компонент мультиплета, распределение интенсивности. Константа СТС. Тонкое расщепление. Ширина линий. Приложение метода ЭПР в химии. Изучение механизмов химических реакций. Химическая поляризация электронов. Определение свободных радикалов и других парамагнитных центров. Использование спиновых меток. Блок-схема спектрометра ЭПР, особенности эксперимента, достоинства и ограничения метода.

4. Термоаналитические методы

Обзор основных методов термического анализа, принципы работы приборов ДТА, ТГА, ДСК. Обзор основных факторов влияющих на результаты термоаналитического исследования. Температурное поле термоинертного вещества в условиях эксперимента. Области применения термоаналитических исследований: термометрия, энтальпиометрия, кинетика гетерогенных процессов, анализ чистоты веществ.

5. Методы масс-спектрометрии

Методы ионизации: электронный удар, фотоионизация, электростатическое неоднородное поле, химическая ионизация. Комбинированные методы. Ионный ток и сечение ионизации. Потенциалы появления ионов. Диссоциативная ионизация. Типы ионов в масс-спектрометрах. Фокусирующее действие однородного поперечного магнитного поля. Электростатическая фокусировка. Двойная фокусировка. Разрешающая сила масс-спектрометра. Ионный источник. Система напуска. Молекулярное течение газа. Время пролетный масс-спектрометр. Квадрупольный масс-спектрометр. Спектрометр ионциклотронного

резонанса. Применение масс-спектрометрии. Идентификация вещества. Корреляция между молекулярной структурой и масс-спектрами.

6. Методы анализа механических свойств

Принципы работы прибора Инстрон. Обзор основных факторов влияющих на результаты исследования. Работа с ГОСТами по методам испытаний. Области применения исследований.

Критерии оценки:

1 балл выставляется студенту за глубокое и полное овладение содержанием учебного материала, в котором студент легко ориентируется, понятийным аппаратом, за умение связывать теорию с практикой, решать практические задачи, высказывать и обосновывать свои суждения, вступать в дискуссию. Отличная отметка предполагает грамотное, аргументированное, логичное изложение материала.

0,7 балла выставляется студенту, если студент полно освоил учебный материал и легко ориентируется в нем, владеет понятийным аппаратом, осознанно применяет знания для решения практических задач, грамотно излагает ответ, но содержание и форма ответа содержат отдельные неточности;

0,3 балла выставляется студенту, если студент обнаруживает знание и понимание обсуждаемого вопроса, но излагает материал неполно, непоследовательно, допускает неточности в определении понятий, в применении знаний для решения практических задач, не может аргументировать свои суждения.

Перечень тем для конспекта
по дисциплине **Физические методы исследования**

1. Теоретические основы спектроскопических методов исследования.
2. Проблемы получения и регистрации спектров.
3. Методы колебательной спектроскопии. Инфракрасные спектры и комбинационное рассеяние света.
4. Методы электронной спектроскопии. Спектроскопия в видимой и ультрафиолетовой области.
5. Дифракционные методы исследования. Рентгеноструктурный анализ. Рентгенофазовый анализ.
6. Резонансные методы исследования. ЯМР, ЭПР.
7. Термоаналитические методы. Термогравиметрия. Дифференциально-сканирующая калориметрия. Динамический механический анализ.
8. Методы масс-спектрометрии.
9. Методы анализа механических свойств.

При оценке конспекта учитываются:

качество рукописи;

качество оформления работы;

уровень ответов на вопросы.

Максимальный балл – 3.

3 балла выставляется студенту, если конспект оформлен грамотно, лаконично и по существу, студент отвечает на вопросы без замечаний, или имеются незначительные поправки, которые студент самостоятельно сразу же исправляет;

2,5 балла выставляется студенту, если по нескольким разделам, подлежащим оценке, есть замечания, которые студент самостоятельно исправляет во время опроса преподавателем;

2 балла выставляется студенту если, есть несущественные замечания по результатам оформления конспекта, студент не всегда грамотно отвечает на вопросы;

1,5 балла выставляется студенту если, есть существенные замечания по результатам оформления конспекта, студент либо не отвечает на значительную часть вопросов, либо ответы не может аргументировать;

менее 1,5 балл выставляется студенту если, работа выполнена, но студент плохо ориентируется в полученном материале, не отвечает на большинство поставленных вопросов, не может аргументировать ответы.

Перечень тем лабораторных работ

по дисциплине **Физические методы исследования**

1. Спектроскопия.

Методы колебательной спектроскопии. Инфракрасные спектры и комбинационное рассеяние света.

Методы электронной спектроскопии. Спектроскопия в видимой и ультрафиолетовой области.

Получение и анализ ИК-спектров пропускания и отражения соединений различной природы. Пробоподготовка.

Получение и анализ УФ-спектров следующих веществ: фенола, нитробензола, гидрохинона, мета-нитробензойной кислоты.

2. Дифракционные методы исследования.

Получение и анализ рентгенофазовых диаграмм двойных и тройных молибдатов и вольфраматов.

3. Резонансные методы исследования органических соединений ЯМР и ЭПР

Получение и анализ спектров ЯМР на ядрах ^{13}C и ^1H .

4. Термоаналитические методы.

Термоаналитические методы анализа

Получение и анализ ТГ и ДСК термограмм оксалата кальция, карбоната кальция (натрия), полиамида, полибензимидазола.

5. Методы масс-спектрометрии

Анализ продуктов деструкции полимеров (полиамида, полибензимидазола, полиимида) с помощью приставки с масс-селективным детектором.

6. Методы анализа механических свойств

Испытание стандартных образцов (полимерные пленки, стандартные лопатки, таблетки) на растяжение, сдвиг. Пробоподготовка.

Критерии оценки:

В оценку лабораторных работ входит: подготовка, выполнение, обработка результатов, оформление, защита.

Максимальный балл – 6.

6-5 баллов – выполнение работы, оформление, защита с учетом ответов на вопросы без замечаний, или имеются незначительные поправки, которые студент самостоятельно сразу же исправляет.

4 балла – по нескольким разделам, подлежащим оценке есть замечания, которые студент самостоятельно исправляет во время защиты

3-2 балла – есть существенные замечания по результатам работы, оформлению, студент исправляет замечания с помощью сокурсников или преподавателя

менее 2 баллов (работа не засчитывается и защищается повторно) – работа выполнена, однако оформлена с грубыми ошибками, студент не может грамотно аргументировать свои действия, осуществляемые при выполнении работы, и ответить на значительную часть вопросов и замечаний во время защиты.

Составитель _____ д.х.н., доцент В.Ф. Бурдуковский

(подпись)

« ____ » _____ 20 ____ г.