



Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Иркутский институт химии им. А.Е. Фаворского СО РАН

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора, д.х.н., профессор



Л.Б. Кривдин

2015 г

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Физико-химические методы исследования структуры веществ

основная образовательная программа подготовки аспиранта
по направлению 04.06.01 Химические науки

Уровень высшего образования
подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре

Квалификация: Исследователь.
Преподаватель-исследователь.

Иркутск 2015

Рабочая программа составлена на основании федеральных государственных образовательных стандартов к основной образовательной программе высшего образования подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре по направлению 04.06.01 Химические науки.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА РАССМОТРЕНА И ОДОБРЕНА на заседании Ученого совета ИрИХ СО РАН протокол № 5 от 19 мая 2015 г.

Зав. аспирантурой к.х.н.



Т.Н. Комарова

1. Цели и задачи учебной дисциплины

Рассматриваемая дисциплина является основной в подготовке аспирантов, обучающихся по профилю 02.00.03 Органическая химия.

Целью изучения дисциплины является приобретение фундаментальных знаний и практических навыков, необходимых для профессиональной научно-исследовательской, инновационной и образовательной деятельности в области применения физико-химических методов исследования и в смежных областях науки. Формирование компетенций в области основных физико-химических методов установления состава и строения органических соединений, формирование навыков самостоятельной работы с приборной и аналитической базой физико-химических методов анализа, компьютерным парком и он-лайн базами данных.

Задачи дисциплины:

- формирование представлений об физико-химических методах изучения структуры веществ;
- ознакомление с основами важнейших современных физико-химических методов анализа;
- формирование навыков и умений получения и интерпретации данных физико-химических методов анализа (УФ, ИК- ЯМР, масс-), установления строения органических и элементоорганических соединений по совокупности данных инструментальных методов.

2. Место дисциплины в структуре ООП

2.1. Учебная дисциплина Б1.В.ОД.3 «Физико-химические методы исследования структуры веществ» входит в вариативную часть междисциплинарного профессионального модуля ООП.

2.2. Данная программа строится на преемственности программ в системе высшего образования и предназначена для аспирантов ИрИХ СО РАН, прошедших обучение по программе подготовки магистров или специалистов, прослушавших соответствующие курсы и имеющих по ним положительные оценки. Она основывается на положениях, отраженных в учебных программах указанных уровней. Для освоения дисциплины «Физико-химические методы исследования структуры веществ» требуются знания и умения, приобретенные обучающимися в результате освоения ряда предшествующих дисциплин (разделов дисциплин), таких как:

- физико-химические методы анализа,
- органическая химия,
- химия высокомолекулярных соединений,
- физическая химия,
- неорганическая химия,

- аналитическая химия,
- квантовая химия,
- строение вещества

2.3. Дисциплина «Физико-химические методы исследования структуры веществ» необходима при подготовке выпускной квалификационной работы аспиранта и подготовке к сдаче кандидатского экзамена.

3. Требования к результатам освоения дисциплины

Процесс изучения дисциплины «Физико-химические методы исследования структуры веществ» направлен на формирование элементов следующих компетенций в соответствии с ООП по направлению подготовки 04.06.01 Химические науки:

Профессиональные компетенции:

- умение применять физико-химические методы исследования структуры вещества, знание основ квантово-химического моделирования строения молекул и реакционной способности вещества (ПК-4).

По окончании изучения дисциплины аспиранты должны: **Знать:**

- теоретические и методологические основы физико-химических методов изучения структуры веществ;
- принципы, условия и методологию применения физико-химических методов на практике;
- возможности тех или иных физико-химических методов в установлении структуры органических и элементоорганических соединений;

Уметь:

- выбирать необходимые и оптимальные методы для установления структуры органических и элементоорганических соединений;
- проводить разделение смесей органических или элементоорганических веществ, идентификацию их состава и определять строение с помощью химических и физико-химических методов анализа;
- осуществлять поиск методов идентификации и информации о структурных параметрах органических и элементоорганических соединений с использованием современных баз данных и поисковых систем;

Иметь опыт:

- работы на современном научном оборудовании для физико-химических исследований органических и элементоорганических соединений;
- моделирования структурных параметров органических и элементоорганических веществ с использованием квантово-химических методов;
- написания научных отчетов и статей.

4. Структура и содержание учебной дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 зачетные единицы (108 часов).

4.1. Структура дисциплины

№	Наименование дисциплины	Объем учебной работы, ч							Вид итогового контроля
		Всего	Всего аудиторн.	Из аудиторных				Самост. работа	
				Лекц.	Лаб.	Практ.	КСР		
1	Физико-химические методы исследования структуры веществ	108	54	54	-	-	-	54	Зачет

4.2. Содержание дисциплины

4.2.1. Разделы дисциплины и виды занятий

№	Наименование разделов и тем	Виды учебной работы и трудоемкость, ч						Формы текущего контроля успеваемости
		Всего	Лекц.	Лаб	Практ	СР	КСР	
1	Общая характеристика и классификация физико-химических методов определения структуры веществ.	12	6	-	-	6	-	Устный групповой опрос
2	Масс-спектрометрия.	12	6	-	-	6	-	Устный групповой опрос
3	Спектроскопические методы исследования.	12	6	-	-	6	-	Устный групповой опрос
4	Методы колебательной спектроскопии: инфракрасные спектры и комбинационное рассеяние света.	12	6	-	-	6	-	Устный групповой опрос,
5	Электронная спектроскопия. Спектроскопия в видимой и ультрафиолетовой областях.	12	6	-	-	6	-	Устный групповой опрос
6	Люминесценция (флуоресценция и фосфоресценция).	12	6	-	-	6	-	Устный групповой опрос
7	Рентгеновские методы исследования.	12	6	-	-	6	-	Устный групповой опрос
8	Методы исследования оптически активных веществ.	12	6	-	-	6	-	Устный групповой опрос, решение задач
9	Резонансные методы.	12	6	-	-	6	-	Устный групповой опрос, решение задач
Всего часов:		108	54	-	-	54	-	

4.2.2. Содержание разделов дисциплины

№	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела (темы)	Формы проведения занятий
1	Общая характеристика и классификация физико-химических методов определения структуры веществ.	Спектроскопические, дифракционные, электрические и магнитные методы.	Лекции, семинары, самостоятельная работа
2	Масс-спектрометрия.	Принципы масс-спектрометрии. Методы ионизации. Применение масс-спектрометрии.	Лекции, семинары, самостоятельная работа

3	Спектроскопические методы исследования	Природа электромагнитного излучения. Основные характеристики излучения. Электронные, колебательные, вращательные, спиновые и ядерные переходы. Спектры испускания, поглощения и рассеяния.	Лекции, семинары, самостоятельная работа
4	Методы колебательной спектроскопии: инфракрасные спектры и комбинационное рассеяние света.	Квантово-механический подход к описанию колебательных спектров. Спектроскопия комбинационного рассеяния (КР). Применение методов колебательной спектроскопии для качественного и количественного анализа. ИК-спектроскопия твердых тел.	Лекции, семинары, самостоятельная работа
5	Электронная спектроскопия. Спектроскопия в видимой и ультрафиолетовой областях.	Абсорбционная спектроскопия в видимой и УФ областях как метод исследования электронных спектров многоатомных молекул. Симметрия и номенклатура электронных состояний. Классификация и отнесение электронных переходов. Применение электронных спектров поглощения в качественном, структурном и количественном анализе.	Лекции, семинары, самостоятельная работа
6	Люминесценция (флуоресценция и фосфоресценция).	Основные характеристики люминесценции. Закономерности люминесценции.	Лекции, семинары, самостоятельная работа
7	Рентгеновские методы исследования.	Природа рентгеновских спектров. Классификация рентгеновских методов анализа.	Лекции, семинары, самостоятельная работа
8	Методы исследования оптически активных веществ.	Дисперсия оптического вращения. Оптический круговой дихроизм.	Лекции, семинары, самостоятельная работа
9	Резонансные методы.	Метод ЯМР. Метод ЭПР.	Лекции, семинары, самостоятельная работа

5. Образовательные технологии

1. Активные образовательные технологии: лекции, семинары и практические работы.
2. Сопровождение лекций визуальными материалами в виде слайдов, подготовленных с использованием современных компьютерных технологий, проецируемых на экран с помощью видеопроектора.
3. Проведение практических работ в лабораториях, участие обучающихся в научной работе и выполнении исследовательских проектов.
4. Использование специального программного обеспечения и Интернет-ресурсов для обучения в ходе практических и самостоятельных работ.

6. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы аспирантов.

Виды самостоятельной работы:

в домашних условиях, в читальном зале библиотеки, на компьютерах с доступом к базам данных и ресурсам Интернет, в лабораториях с доступом к лабораторному оборудованию и приборам.

Самостоятельная работа подкрепляется учебно-методическим и информационным обеспечением, включающим учебники, учебно-методические пособия, конспекты лекций, учебное и научное программное обеспечение, ресурсы Интернет.

7. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины

Цель контроля - получение информации о результатах обучения и степени их соответствия результатам обучения.

7.1. Текущий контроль

Текущий контроль успеваемости, т.е. проверка усвоения учебного материала, регулярно осуществляемая на протяжении семестра. Текущий контроль знаний учащихся организован как устный групповой опрос (УГО).

Текущая самостоятельная работа аспиранта направлена на углубление и закрепление знаний, и развитие практических умений аспиранта.

7.2. Промежуточная аттестация

Промежуточная аттестация осуществляется в конце семестра и завершает изучение дисциплины «Физико-химические методы исследования структуры веществ». Форма аттестации – зачет.

Контрольные вопросы к зачету:

1. Общая характеристика и классификация физико-химических методов определения структуры веществ.

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.

2. Масс-спектрометрия

Принципы масс-спектрометрии. Блок-схема масс-спектрометра. Отношение массы к заряду. Масс-спектр. Молекулярные предшественники. Стабильные и метастабильные ионы. Фрагментация. Методы ионизации: электронный удар, фотоионизация, химическая ионизация. Ионный ток и сечение ионизации. Разрешающая сила масс-спектрометра. Времяпролетный масс-спектрометр. Квадрупольный масс-спектрометр. Спектрометр ион-циклотронного резонанса. Применение масс-спектрометрии. Идентификация вещества. Корреляция между молекулярной структурой и масс-спектрами. Измерение потенциалов появления ионов и определение потенциалов ионизации и энергии разрыва связей. Определение парциальных давлений компонентов газовых смесей. Эффузионная ячейка Кнудсена. Определение теплоты сублимации, теплоты реакции и константы равновесия.

3. Спектроскопические методы исследования

Природа электромагнитного излучения, Основные характеристики излучения (частота, длина волны, волновое число). Электронные, колебательные, вращательные, спиновые и ядерные переходы как результат различных типов внутриатомных или внутримолекулярных взаимодействий. Спектры испускания, поглощения и рассеяния.

Важнейшие характеристики спектральных линий (положение, интенсивность, ширина). Принципиальная схема спектроскопических измерений в любой области спектра. Основные узлы спектральной установки. Источники электромагнитного излучения.

4. Методы колебательной спектроскопии: инфракрасные спектры и комбинационное рассеяние света

Квантово-механический 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. Спектроскопия комбинационного рассеяния (КР). Стоксовы и антистоксовы линии КР. Определение геометрических параметров неполярных молекул. Классическая задача о колебаниях многоатомных молекул. Частоты и формы нормальных колебаний молекул. Силовые постоянные. Учет симметрии молекулы. Сопоставление ИК и КР спектров и выводы о симметрии молекулы. Характеристичность нормальных колебаний. Определение силовых полей молекулы. Использование изотопозамещенных молекул. Корреляция силовых постоянных с другими параметрами и свойствами молекул. Применение методов колебательной спектроскопии для качественного и количественного анализа. Техника и методики ИК спектроскопии и спектроскопии КР. ИК-спектроскопия твердых тел. Спектры пропускания, диффузного рассеяния, нарушенного полного внутреннего отражения, испускания. ИК-Фурье-спектроскопия, Фурье преобразование, выигрыши Жакино, Фелджета, Конна.

5. Электронная спектроскопия. Спектроскопия в видимой и ультрафиолетовой областях

Вероятности переходов между электронно-колебательно-вращательными состояниями. Принцип Франка-Кондона. Определение энергии диссоциации и других молекулярных постоянных. 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. Хромофоры. Спектры сопряженных систем и пространственные эффекты в электронных спектрах поглощения. Техника спектроскопии в видимой и УФ областях.

6. Люминесценция (флуоресценция и фосфоресценция)

Фотофизические процессы в молекуле. Основные характеристики люминесценции (спектры поглощения и спектры возбуждения, времена жизни возбужденных состояний, квантовый и энергетический выход люминесценции). Синглетные и триплетные состояния. Закономерности люминесценции (закон Стокса-Ломмеля, правило Левшина, закон Вавилова). Тушение люминесценции. Практическое использование количественного люминесцентного анализа.

7. Рентгеновские методы исследования

Природа рентгеновских спектров. Края поглощения. 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. Рентгеновая фотоэлектронная спектроскопия (электронная спектроскопия для химического анализа - ЭСХА). Метод ЭСХА как непосредственный экспериментальный метод измерения величины энергии химической связи. Возможности ЭСХА для анализа поверхностей. Оже-электронная спектроскопия, возможности ОЭС для анализа легких элементов. Синхротронное излучение и методы XAFS (EXAFS, XANES). Исследование координации и природы ближайшего окружения атомов.

8. Методы исследования оптически активных веществ

Дисперсия оптического вращения. Круговая поляризация луча света. Вращение плоскости поляризации плоскополяризованного света. Спиральная модель оптической активности. Вращательная сила перехода. Условия вращения плоскости поляризации. Дисперсия оптического вращения. Эффект Коттона - аномальная дисперсия. Схема эксперимента. Применения к изучению конфигурации и конформации оптически активных веществ. Правило октантов.

Оптический круговой дихроизм. Уравнение поглощения света. Коэффициент экстинкции и молярного поглощения. Эллиптическая поляризация света. Зависимость оптического кругового дихроизма от длины волны. Схема измерений кругового дихроизма. Область применения в стереохимии и электронном строении оптически активных веществ. Сравнение с дисперсией оптического вращения и УФ спектроскопией.

9. Резонансные методы

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

Метод ЭПР. 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.

8. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

Основная литература

1. Анализ органических и элементоорганических соединений; учеб.-метод. пособие / сост.: Г. Б. Недвецкая, Л. П. Шаулина, А. А. Татарина, Т. В. Мамасева. – Иркутск: ИГУ, 2014. – 93 с.

2. Афанасьев, Б. Н. Физическая химия / Б. Н. Афанасьев, Ю. П. Акулова. – М.: Лань, 2012. – 464 с.
3. Горшков, В. И. Основы физической химии / В. И. Горшков, И. А. Кузнецов. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 407 с.
4. Сильверстейн, Р. Спектрометрическая идентификация органических соединений / Р. Сильверстейн, Ф. Вебстер, Д. Кимл. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 557 с.

Дополнительная литература

1. Илиел, Э. Основы органической стереохимии / Э. Илиел. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 703 с.
2. Кленин, В. И. Высокомолекулярные соединения / В. И. Кленин, И. В. Федусенко. – М.: Лань, 2013. – 512 с.
3. Реутов, О. А. Органическая химия: В 4-х т. Т. 1 / О. А. Реутов, А. Л. Курц, К. П. Бутин – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 567 с.
4. Реутов, О. А. Органическая химия: В 4-х т. Т. 2 / О. А. Реутов, А. Л. Курц, К. П. Бутин – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 623 с.
5. Реутов, О. А. Органическая химия: В 4-х т. Т. 3 / О. А. Реутов, А. Л. Курц, К. П. Бутин – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 544 с.
6. Реутов, О. А. Органическая химия: В 4-х т. Т. 4 / О. А. Реутов, А. Л. Курц, К. П. Бутин – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 726 с.
7. Смит, В. А. Основы современного органического синтеза. Учебное пособие / В. А. Смит, А. Д. Дильман. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 750 с.
8. Травень, В. Ф. Органическая химия: учебное пособие для вузов: В 3-ех т. Т. 1 / В. Ф. Травень. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 368 с.
9. Травень, В. Ф. Органическая химия: учебное пособие для вузов: В 3-ех т. Т. 2 / В. Ф. Травень. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 517 с.
10. Травень, В. Ф. Органическая химия: учебное пособие для вузов: В 3-ех т. Т. 3 / В. Ф. Травень. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 388 с.
11. Хельвинкель, Д. Систематическая номенклатура органических соединений / Д. Хельвинкель. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 232 с.
12. Эльшенбройх, К. Металлоорганическая химия / К. Эльшенбройх. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2014. – 750 с.

Интернет-ресурсы

1. Доступ к электронной библиотеке диссертаций РГБ.
2. Электронная библиотека учебных материалов по химии
<http://www.chem.msu.ru/rus/elibrary/>
3. Электронные книги издательства «Проспект науки»
<http://www.prospektnauki.ru/ebooks/>
4. Информационная база данных polpred.com - <http://www.polpred.com>
5. Публичная интернет-библиотека www.public.ru
6. Библиотека электронных текстов: справочные материалы по науке и технике
www.laboratory.ru
7. Российская государственная библиотека www.rse.ru
8. Российская научная сеть www.nature.ru
9. Электронная библиотека по хим. ф-т МГУ <http://www.chem.msu.ru/rus/elibrary/>
10. BooksShare.net некоммерческая электронная библиотека научной литературы
<http://booksshare.net/index.php?id1=4&category=chem>

9. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Для освоения программы обучения и для выполнения научно-исследовательских работ по теме диссертации каждому аспиранту предоставлено индивидуальное рабочее место, оборудованное приточно-вытяжной вентиляцией, водопроводом, водоотведением, воздухопроводом. При выполнении квалификационных и диссертационных работ аспиранты

имеют возможность использовать материально-технические средства лабораторий (оргтехника, реактивы, расходные материалы, лабораторная посуда, измерительное оборудование и др.), а также имеют доступ к дорогостоящему оборудованию ИрИХ и Байкальского центра коллективного пользования СО РАН (цифровой мультаядерный Фурье-спектрометр ЯМР DPX-400, ЯМР-спектрометр AV-400 фирмы Bruker Bio-Spin, хроматомасс-спектрометр GCMS-QP5050A фирмы SHIMADZU, импульсный ЭПР-спектрометр Bruker ELEXSYS E580, инфракрасный Фурье-спектрометр IFS-25 фирмы Bruker, ИК-КР Фурье спектрометры Varian и Vertex-70 фирмы Varian, UV/VIS-спектрометр Lamda 35 фирмы Perkin Elmer, спектрофлуориметр LS55, изготовитель Perkin Elmer, порошковый дифрактометр D2 PHASER, монокристаллический дифрактометр D8 VENTURE и др.) Для проведения квантово-химических расчетов имеется вычислительный кластер 39Гц/112Гб/14Тб и необходимое программное обеспечение.

Автор-составитель рабочей программы дисциплины: к.х.н. Ушаков И. А.