



**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ**

**Институт физической химии и электрохимии
им. А.Н. Фрумкина Российской академии наук
(ИФХЭ РАН)**

Рабочая программа дисциплины

Физические методы исследования структуры и электронного строения

По направлению подготовки 04.06.01 – Химические науки (уровень подготовки
кадров высшей квалификации)

Специальность 02.00.01- Неорганическая химия

Москва

2014 год

1. Цели и задачи освоения дисциплины

Цели дисциплины: Целями освоения дисциплины «Физические методы исследования» являются освоение аспирантами методологии различных физических методов исследований химических соединений и овладение практическими навыками использования методов. Подготовить аспирантов и специалистов – химиков - неоргаников к научно-исследовательской деятельности, связанной с исследованием полидентатных лигандов и комплексов на их основе .

Задачи дисциплины: Изучение теоретических основ физических методов исследования. Формирование понимания особенностей применения физических методов для характеристики соединений. Обучение навыкам теоретического анализа результатов экспериментальных исследований в области неорганической химии соединений различными физическими методами, планирование экспериментов и обработка их результатов, систематизирование и обобщение, полученной в ходе исследований физическими методами информации.

2. Место дисциплины в структуре ООП

Настоящая дисциплина «Физические методы исследования структуры и электронного строения» - модуль основной профессиональной образовательной программы высшего образования – программы подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре по специальности 02.00.01-неорганическая химия.

Методология курса предполагает тесную связь с неорганической химией. Обучающийся по данной дисциплине должен знать фундаментальные разделы физики и математики, основы пользования вычислительной техники, уметь использовать программное обеспечение компьютеров для математических расчетов и обработки экспериментальных данных, знать теоретические основы неорганической, органической, физической и аналитической химии, строение вещества.

3 Требования к результатам освоения дисциплины

1. В результате освоения программы аспирантуры у выпускника должны быть сформированы:

универсальные компетенции, не зависящие от конкретного направления подготовки;

общепрофессиональные компетенции, определяемые направлением подготовки;

профессиональные компетенции, определяемые направленностью (профилем) программы аспирантуры в рамках направления подготовки (далее – направленность программы)

2. Выпускник, освоивший программу аспирантуры, должен обладать следующими **универсальными компетенциями**:

способностью к критическому анализу и оценке современных научных достижений, генерированию новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях (УК-1);

Способностью проектировать и осуществлять комплексные исследования, в том числе междисциплинарные, на основе целостного системного научного мировоззрения с использованием знаний в области истории и философии науки (УК-2);

готовностью участвовать в работе российских и международных исследовательских коллективов по решению научных и научно-образовательных задач (УК-3);

готовностью использовать современные методы и технологии научной коммуникации на государственном и иностранном языках (УК-4);

способностью планировать и решать задачи собственного профессионального и личностного развития (УК-5).

3. Выпускник, освоивший программу аспирантуры, должен обладать следующими **общефессиональными компетенциями:**

способностью самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий (ОПК-1);

готовностью организовать работу исследовательского коллектива в области химии и смежных наук (ОПК-2);

готовностью к преподавательской деятельности по основным образовательным программам высшего образования (ОПК-3).

4. В рамках данной дисциплины углубляются и развиваются следующие **профессиональные компетенции:**

способность и готовность к профессиональной эксплуатации современного оборудования и приборов в соответствии с направлением и профилем подготовки (ПК-1),

способность и готовность к решению профессиональных производственных задач – контролю технологического процесса, разработке норм выработки, разработке технологических нормативов на расход материалов, заготовок, топлива и электроэнергии, к выбору оборудования и технологической оснастки, оценивать эффективность и внедрять в производство новые технологии, готовность организовывать самостоятельную и коллективную научно-исследовательскую работу (ПК-2),

умение разрабатывать планы и программы проведения научных исследований и технических разработок, разрабатывать задания для исполнителей (ПК-3),

поиск, обработка, анализ и систематизация научно-технической информации по теме исследования, выбору методик и средств решения задачи (ПК-4),

использование современных приборов и методик (ПК-5),

организация проведения экспериментов и испытаний, обработка и анализ их результатов, создание новых экспериментальных установок для проведения лабораторных практикумов, разработка учебно-методической документации для проведения учебного процесса (ПК-6).

4. Структура и содержание дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 7 зачетных единицы (252 часа).

Структура освоения дисциплины:

1 год аспирантуры: 2 з.е.

2 год аспирантуры: 3 з.е.

3 год аспирантуры: 2 з.е.

4.1 Структура дисциплины

№ п/п	Наименование дисциплины	Объем учебной работы (в часах)						Вид итогового контроля	
		Всего	Всего аудит.	Из аудиторных					Сам. работа
				Лекц.	Лаб.	Прак.	КСР.		
1	Физические методы исследования структуры и электронного строения	252	108	36		72		144	зачет

4.2 Содержание дисциплины

4.2.1 Разделы дисциплины и виды занятий

№ п/п	Раздел дисциплины	Виды учебной работы, и трудоемкость (в часах)				Самостоятельная работа
		Лек.	Лаб.	Пр.	КСР	
1.	Введение в предмет	2		2		4
2.	Электронная	4		8		16

	спектроскопия				
3.	Масс-спектрометрия и хроматография.	5		10	20
4.	Теоретические основы методов оптической спектроскопии (ИК, УФ и КР спектроскопия).	5		10	20
5.	Качественный и количественный спектральный анализ.	4		8	16
6.	Методы радиоспектроскопии (ЯМР и ЭПР).	4		8	16
7.	Жидкостная экстракция	6		13	26
8.	Метод потенциометрии	6		13	26

4.2.2 Содержание разделов дисциплины

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела (темы)	Форма проведения занятий
1.	Введение в предмет	<ol style="list-style-type: none"> 1. История развития физических методов анализа 2. Методы исследования и их классификация 3. Задачи, решаемые физическими методами анализа 	Лекции, семинары, практические работы
2.	Электронная спектроскопия	<ol style="list-style-type: none"> 1. Принципы электронной спектроскопии. 2. Характеристика электронных спектров 	Лекции, семинары, практические работы
3.	Масс-спектрометрия и хроматография.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Характеристика методов ионизации 2. Виды масс-спектрометров и их применение 3. Газо-жидкостная и жидкостная хроматография 	Лекции, семинары, практические работы
4.	Теоретические основы методов оптической спектроскопии (ИК, УФ и КР спектроскопия).	<ol style="list-style-type: none"> 1. Виды спектроскопии: абсорбционная, отражательная, эмиссионная 2. ИК- спектроскопия 3. УФ – спектроскопия 4. КР - спектроскопия 	Лекции, семинары, практические работы
5.	Качественный и	1. Качественный спектральный анализ и его	Лекции,

	количественный спектральный анализ.	характеристики 2. Количественный спектральный анализ 3. Влияние различных факторов на спектральный анализ	семинары, практические работы
6.	Методы радиоспектроскопии (ЯМР и ЭПР).	1. Ядерный магнитный резонанс: понятие, условия и характеристики 2. Обработка результатов ЯМР –спектров 3. Виды ЯМР спектрометров 4. Электронный парамагнитный (спиновой) резонанс: условия, характеристики 5. Спектрометр ЭПР	Лекции, семинары, практические работы
7.	Жидкостная экстракция	1. Жидкостная экстракция: понятие и характеристики 2. Экстракционные установки, подбор параметров	Лекции, семинары, практические работы
8.	Метод потенциометрии	1. Теоретические основы потенциометрии 2. Электроды и их классификация 3. Применение потенциометрии Потенциометрическое титрование	Лекции, семинары, практические работы

5. Образовательные технологии

1. Активные образовательные технологии: лекции, семинары и практические работы.
2. Сопровождение лекций визуальным материалов в виде слайдов, подготовленных с использованием современных компьютерных технологий (программный пакет презентаций Microsoft Office Powerpoint), проецируемых на экран с помощью видеопроектора, а также результатов компьютерного моделирования физикохимических процессов.
3. Проведение практических работ в научной лаборатории, участие обучаемых 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. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины.

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.

Форма контроля знаний – зачет в конце курса, включающий теоретические вопросы.

Контрольные вопросы к зачету:

Физические методы исследования структуры и электронного строения

1. Введение в предмет

Исторический экскурс по проблеме развития физических методов анализа. Лауреаты Нобелевских премий и другие выдающиеся ученые, внесшие существенный вклад в разработку различных физических методов. Прямые и косвенные методы исследования. Прямые и обратные решаемые задачи. Классификация физических методов исследования. Основные теории ошибок в эксперименте.

2. Электронная спектроскопия

Характеристика электронных спектров – энергия перехода, интенсивность, ширина и форма полосы поглощения. Правила отбора.

Объяснение спектров. Общие принципы метода. Теоретический расчет спектра. Сила осциллятора. Отнесение электронных переходов.

3. Масс-спектрометрия и хроматография.

Методы ионизации: электронный удар, фотоионизация, электростатическое неоднородное поле, химическая ионизация. Комбинированные методы. Ионный ток и сечение ионизации. Потенциалы появления ионов. Вертикальные и адиабатические электронные переходы. 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. Времяпролетный масс-спектрометр. Квадрупольный масс-спектрометр. Спектрометр ион-циклотронного резонанса. Применение масс-спектрометрии. Идентификация вещества. Роль разрешения, потенциалов появления, методов ионизации, метастабильных ионов. Таблицы массовых чисел. Соотношение изотопов.

Методы газо-жидкостной и жидкостной хроматографии. Блок схемы промышленных хроматографов. Виды детекторов, применяемых в хроматографии. Вид хроматограммы в зависимости от особенностей изотерм.

4. Теоретические основы методов оптической спектроскопии (ИК, УФ и КР спектроскопия).

Виды спектроскопии в зависимости от характера взаимодействия электромагнитного излучения с веществом: спектроскопия поглощения (абсорбционная), спектроскопия отражения от поверхности вещества (отражательная), спектроскопия рассеяния и спектроскопия испускания (эмиссионная). Метод НПВО. Теория колебаний – основа ИК и Раман

спектроскопии. Ближняя и обратная спектральные задачи. Природа УФ-спектров. Основы спектроскопии комбинационного рассеяния или Раман спектроскопии. Низкочастотные колебания и продольная акустическая мода. Задачи, решаемые с помощью методов УФ и Раман спектроскопии. Преимущества и недостатки методов оптической спектроскопии.

5. Качественный и количественный спектральный анализ.

Качественный спектральный анализ. Характеристические полосы поглощения. Валентные и деформационные колебания. Метод «отпечатков пальцев». Гармонический осциллятор и его частота колебаний. Природа ангармонизма колебаний. Интенсивность колебаний. Количественный спектральный анализ. Закон Бугера-Ламберта-Бера. Метод базисной линии. Влияние различных факторов на интенсивность и положение полос поглощения. Метод дейтерозамещения. Чувствительность спектроскопических методов и ошибки при спектральных измерениях.

6. Методы радиоспектроскопии (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. Константа экранирования ядра. Относительный химический сдвиг, его определение и использование в химии. Спин-спиновое взаимодействие ядер, его природа, число компонент мультиплетов, распределение интенсивности, правило сумм. Анализ спектров ЯМР первого и не первого порядков. Метод двойного резонанса. Применение спектров ЯМР в химии. Техника и методика эксперимента. Структурный анализ. Химическая поляризация ядер. Блок-схема спектрометра ЯМР, типы спектрометров. 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.

7. Жидкостная экстракция

Жидкостная экстракция в химической технологии. Закономерности распределения вещества между жидкими фазами. Расчет равновесия в системах жидкость-жидкость. Треугольная диаграмма. Одноступенчатая и многоступенчатая противоточная экстракция, материальный баланс. Выбор экстрагента и его регенерация. Схема экстракционных установок. Устройства и расчет экстракторов. Физические основы и методы проведения процесса экстракции в различных системах.

8. Потенциометрия

Потенциометрия. Теоретические основы метода. Классификация потенциометрических методов анализа. Электроды, применяемые в потенциометрии. Классификация электродов. Электроды первого, второго и третьего рода. Электроды сравнения. Индикаторные электроды. Аппаратура для потенциометрического анализа. Практическое применение потенциометрического метода. Ионоселективные мембранные электроды. Определение концентрации ионов в растворе методами прямой потенциометрии. Потенциометрическое титрование. Кулонометрический метод анализа. Теоретические основы метода. Классификация кулонометрических методов. Потенциостатическая кулонометрия. Приборы для потенциостатической кулонометрии. Потенциостаты. Кулонометры. Практическое применение кулонометрии.

7. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

Рекомендуемая литература

а) основная литература:

1. Б.Блюмих, Основы ЯМР, Техносфера, 2007
2. Р. Джесси, Масс-спектроскопия, изд. Книга по Требованию, 2012, С. 100
3. Лебухов В. И., Окара А. И., Павлюченкова Л. П. Физико-химические методы исследования. СПб.: «ЛАНЬ». 2012, 480с. Режим доступа: <http://e.lanbook.com/view/book/4543/>
4. В. Шмидт, Оптическая спектроскопия для химиков и биологов, изд. Техносфера, 2007, С. 374
5. Физические методы исследования неорганических веществ. Под. ред. Никольского А.Б. – М.: Академия, 2006.
6. Пентин Ю.А., Вилков Л.В. Физические методы исследования в химии.– М.: Мир, 2006.

б) дополнительная литература:

1. Ч.Сликтер, Основы теории магнитного резонанса, Мир, 1981.
2. Бокай Г.Б., Порай-Кошиц М.А., Рентгеноструктурный анализ, М., 1964.
3. Блохин М.А., Методы рентгеноспектральных исследований, М., 1959.
4. Шишаков Н.А., Основные понятия структурного анализа, М., 1961.
5. А.Л. Смит , Прикладная ИК-спектроскопия: Основы, техника, аналитическое применение изд.Мир, 1982
6. Р. Трейбал. Жидкостная экстракция. М.: изд. ХимияЮ, 1966.
7. Дарст Р., «Ионоселективные электроды», Мир, 1972.

в) программное обеспечение и Интернет-ресурсы:

Единое окно доступа к образовательным ресурсам Федерального портала Российское образование <http://www.window.edu.ru>, национальный WWW-сервер по химии www.chem.msu.ru

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины

НОК располагает материально-технической базой, обеспечивающей проведение всех видов теоретической и практической подготовки, предусмотренных учебным планом, а также эффективное выполнение диссертационной работы:

Аудитория для проведения лекций, оснащенная компьютером и проектором для показа слайдов компьютерных презентаций. Компьютеры, объединенные в локальную сеть с выходом в Интернет и подключенные к международным и российским научным базам данных и электронной библиотеке с основными международными научными журналами.

Инструментальная база НОК основана на центре коллективного пользования физическими методами исследования:

ИФХЭ РАН: ЯМР-спектрометр фирмы «Брукер»: AVANCE II DRX-600, масс-спектрометр MALDI-TOF Bruker ultraflex III, масс-спектрометр ICP-MS - Bruker Daltonics aurora M90, спектрофотометр УФ и видимой области Specord M400, ИК-спектрометр Perkin-Elmer-2000, спектрофотометр Agilent 8453, сканирующий зондовый микроскоп Solver P47 PRO, атомно-силовой микроскоп – спектрометр Force Master 402 MD, рентгено-флюороресцентный микроанализатор VRA-30, рентгеновский дифрактометр Shimadzu XRD-6000, дериватограф Q600 фирмы “Intestech”, масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой Agilent Technologies 7500 ce. и многие другие приборы

ИОНХ РАН: автоматический дифрактометр Bruker SMART APEX2, C, H, N-анализатор (Carlo Erba Strumentazione, Italy) и атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой IRIS Advantage (“Thermo

Jarrell Ash”, США)., спектрометр VERTEX 70 фирмы Bruker в диапазоне 4000-400 см^{-1} , спектрометр фирмы Nexsus, Nicolet.

Лаборатории оснащены современными приборами для физикохимического анализа.

Программа составлена в соответствии с требованиями приказа Минобрнауки России от 30.07.2014 № 869 «Об утверждении федерального государственного образовательного стандарта высшего образования по направлению подготовки 04.06.01 Химические науки (уровень подготовки кадров высшей квалификации)»

Программу составил:

Гл.н.с. лаборатории новых физико-химических проблем

д.х.н. Баулин В.Е.

Программа утверждена на заседании секции при Ученом совете ИФХЭ РАН «Физикохимия нано- и супрамолекулярных систем» протокол № 54 от 16.06. 2014 г.

Ученый секретарь секции

д.х.н.

В.А. Котенев