

Оценочные материалы для промежуточной аттестации по дисциплине

Планирование и обработка результатов химического эксперимента

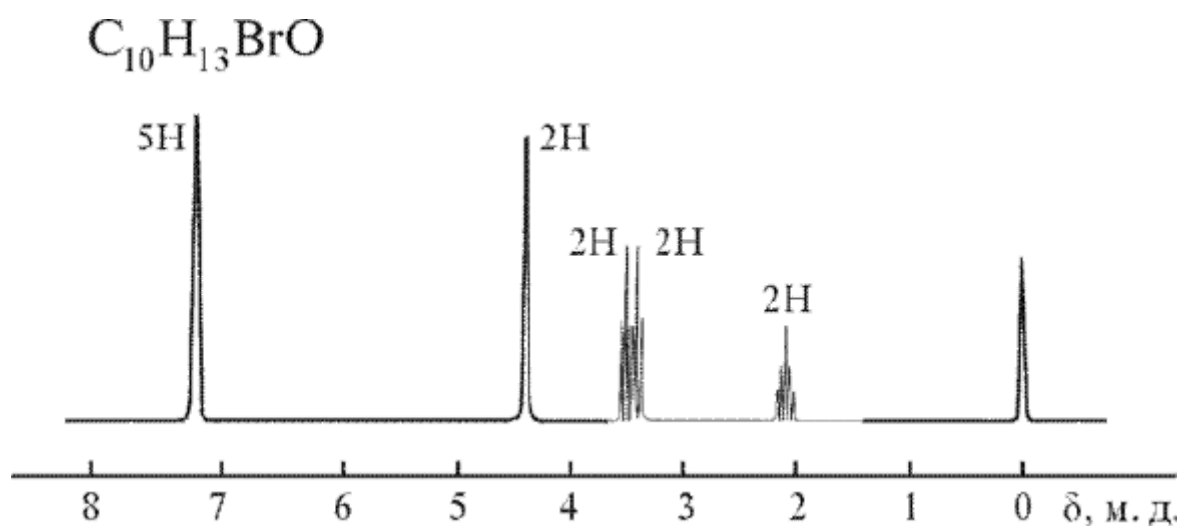
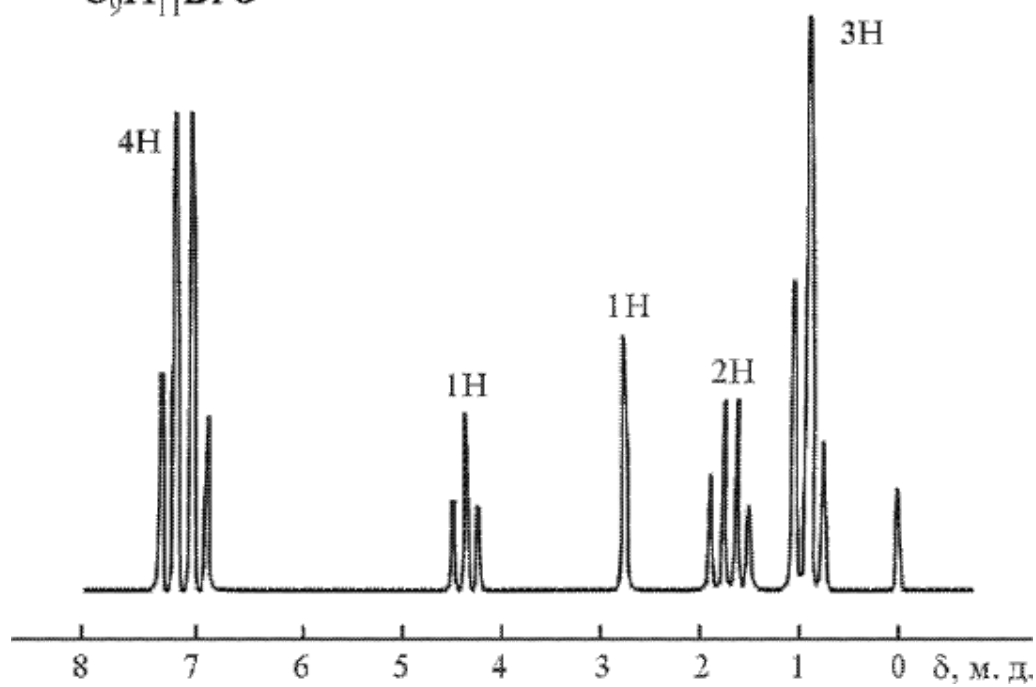
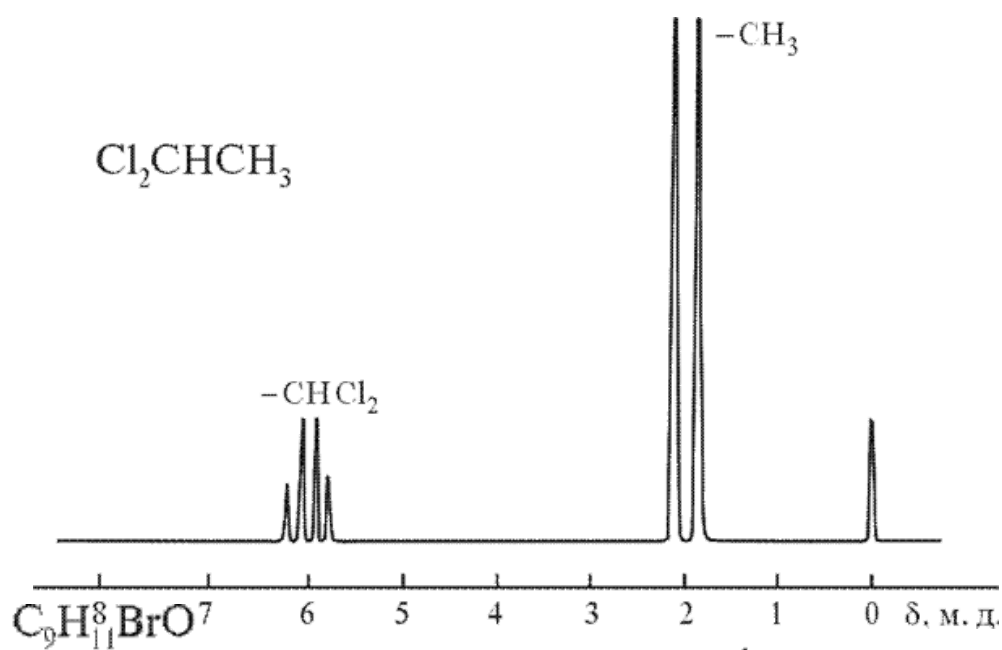
Код, направление подготовки	04.05.01, Фундаментальная и прикладная химия
Направленность (профиль)	Аналитическая химия
Форма обучения	очная
Кафедра-разработчик	Химии
Выпускающая кафедра	Химии

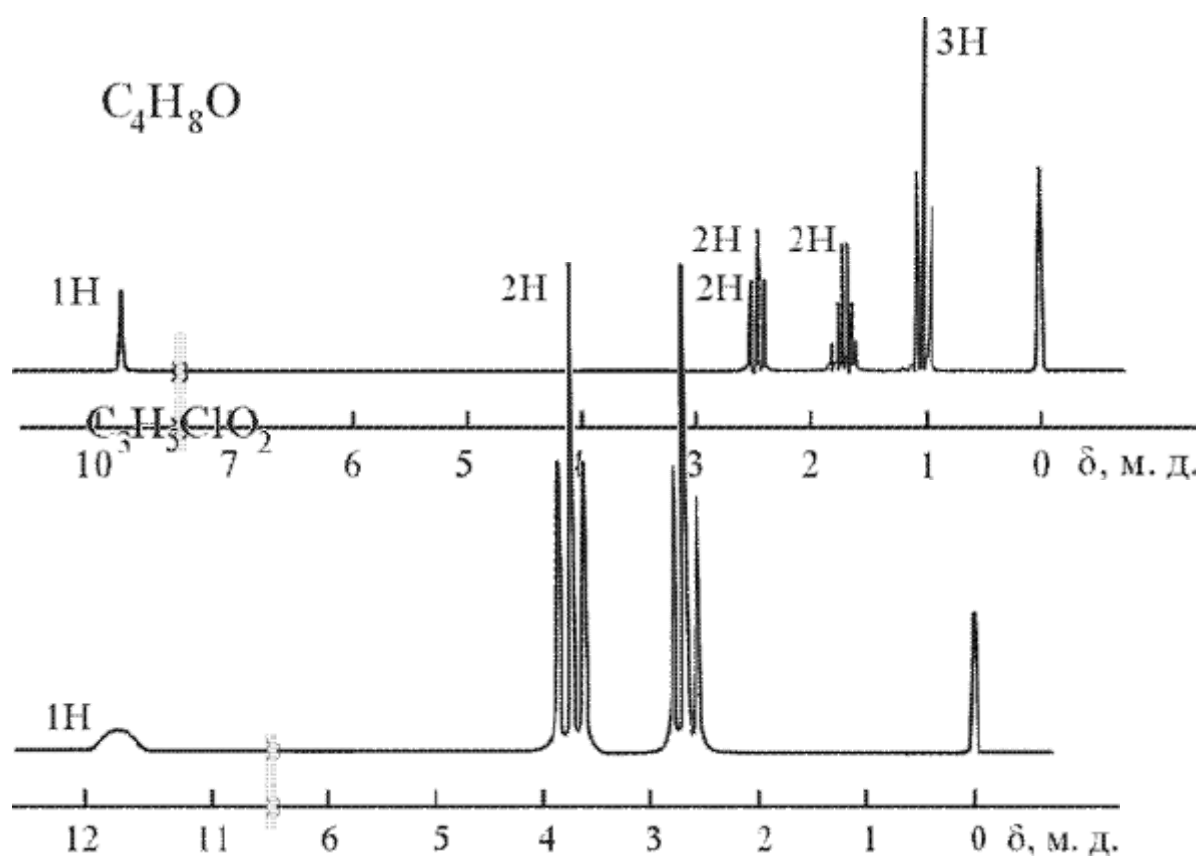
Типовые задания для контрольной работы:

Пользуясь информацией из таблицы, проанализировать и интерпретировать спектры протонного магнитного резонанса ПМР, представленные на рисунках.

Нарисовать структурные формулы веществ по их ПМР спектрам и брутто-формулам.

Вид протона	Химический сдвиг, м. д.	Вид протона	Химический сдвиг, м. д.
H-C-R	0,9-1,8	H-C-NR	2,2-2,9
H-C-C=C	1,6-2,6	H-C-Cl	3,1-4,1
H-C-C-	2,1-2,5	H-C-BR	2,7-4,1
H-C≡C-	2,5	H-C-O	3,5-4,5
H-C-Ar	2,3-2,8	H-NR	1-3*
H-C=C-	4,5-6,5	H-OR	0,5-5*
H-Ar	6,5-8,5	H-OAr	6-8*
H-C-Cl	1,9-10,1	H-C-O	10-13*
Слабое поле	8 7 6 5 4 3 2 1 0 δ, м. д.	Сильное поле	8 7 6 5 4 3 2 1 0 δ, м. д.





Типовые вопросы к экзамену:

1. История, основные понятия и определения. Теоретические основы физических методов исследования

Физические модели атомов и молекул. Методы определения физических свойств. Физическая теория метода. Прямая и обратная задачи. Понятие корректно и некорректно поставленных задач в математике.

Общая характеристика и классификация физических методов. Спектроскопические, дифракционные, электрические и магнитные методы. Энергетические характеристики различных методов. Чувствительность и разрешающая способность метода. Характеристическое время метода. Интеграция методов.

2. Электронная спектроскопия в УФ диапазоне

Физические основы метода: электронные состояния молекул, классификация электронных переходов в молекулах, правила отбора. Избирательное поглощение важнейших ауксохромных и хромофорных групп: насыщенные гетероатомные ауксохромы, карбонильный хромофор, диеновый хромофор, еноновый хромофор, бензольный хромофор, правила Вудворда-Физера.

3. Колебательная ИК спектроскопия

Физические основы метода: частота и интенсивность поглощения в колебательных спектрах двухатомных молекул, основные колебания многоатомных молекул. Взаимосвязь инфракрасных спектров и структуры органических молекул: валентные и деформационные колебания, характеристичность колебаний и ее физические причины, факторы, вызывающие сдвиг полос поглощения и изменение их интенсивности. Структурные области ИК спектра. Принципы отнесения полос поглощения. Последовательность проведения структурного анализа. Количественная ИК спектроскопия.

4. Масс-спектрометрия и хроматомасс-спектрометрия

Физические основы метода: принцип работы масс-спектрометра, его разрешающая сила, образование масс-спектра, основное уравнение масс-спектрометрии, типы регистрируемых ионов (молекулярные, осколочные, метастабильные, многозарядные). Определение молекулярной брутто-формулы по масс-спектру: метод точного измерения масс молекулярных ионов, метод измерения интенсивностей пиков ионов, изотопных молекулярному иону.

Основные типы реакций распада органических соединений под электронным ударом. Термические реакции в масс-спектрометре. Метастабильные ионы. Методы двойной и кратной масс-спектрометрии (MS/MS , MS^n). Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектру низкого разрешения. Соединение масс-спектрометра и газового хроматографа. Сущность tandemных методов. Основные проблемы соединения хроматографа и масс-спектрометра. Масс-фрагментография.

5. Рентгеновская спектроскопия. Фотоэлектронная спектрометрия

Понятие рентгеновского спектра. Классификация методов рентгеновской спектроскопии. Рентгеновская эмиссия, рентгеновская абсорбция, рентгеновская флуоресценция. Непрерывное (тормозное) и характеристическое (линейчатое) рентгеновское излучение. Понятие рентгеноспектрального анализа (РСА). Классификация методов РСА по способу генерации рентгеновского излучения. Электронно-зондовый рентгеноспектральный микроанализ (РСМА), рентгенофлуоресцентный анализ (РФА). Закон Мозли. Выход рентгеновской флуоресценции. Схема рентгеновского спектрометра с волновой дисперсией. Источники излучения (рентгеновская трубка, электронная пушка). Разложение рентгеновского излучения в спектр. Закон Вульфа-Брэгга. Кристаллы-анализаторы. Детекторы излучения (ионизационные, сцинтилляционные, полупроводниковые). Особенности рентгеновских спектров с волновой и энергетической

дисперсией. Метрологические характеристики методов РСА (предел обнаружения, относительное стандартное отклонение, глубина отбора аналитической информации, локальность по поверхности).

Количественный анализ. Метод градуировочного графика в РФА. Метод внешнего стандарта в РСМА. Метод фундаментальных физических параметров.

Фотоэлектронная спектроскопия (ФЭС) и близкие к ней методы. Понятие электронного спектра. Классификация методов фотоэлектронной спектроскопии. Особенности анализа поверхности твердых тел. Схема электронного спектрометра. Техника получения высокого вакуума. Источники излучения в фотоэлектронной спектроскопии. Характеристики энергоанализаторов. Детекторы излучения. Способы очистки поверхности в вакууме. Фотоэффект. Уравнение Эйнштейна. Энергия связи фотоэлектронов. Работа выхода электрона. Качественный анализ. Спектры основных уровней в РФЭС. Тонкая структура рентгеновских фотоэлектронных линий. Количественный анализ. Оже-электронная спектроскопия. Принципы и область использования. Сравнение метрологических характеристик методов электронной спектроскопии.

6. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса. Мессбауэровская спектроскопия.

Физические основы метода: магнитные свойства ядер, основное уравнение ядерного магнитного резонанса, взаимодействия магнитных моментов ядер (тонкая и сверхтонкая структура сигналов ядер). Выбор резонансного ядра при изучении строения органических соединений.

Спектроскопия протонного магнитного резонанса: шкала химических сдвигов протонов, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов; константы спин-спинового взаимодействия J_{H-H} . Спектроскопия углеродного магнитного резонанса: шкала химических сдвигов ядер ^{13}C , их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов, константы спин-спинового взаимодействия J_{C-H} , полное и частичное подавление спин-спинового взаимодействия ядер ^{13}C и протонов. Ядерный эффект Оверхаузера.

Примеры структурного анализа органических соединений по спектрам ПМР. Особенности структурного анализа органических соединений при совместном использовании спектральных методов. Алгоритм структурного анализа. Примеры решения задач структурного анализа, имеющих различную степень сложности.

γ -Резонансная ядерная флуоресценция, эффект Мессбауэра. Энергия испускаемых и поглощаемых γ -квантов. Допплеровское уширение и энергия отдачи. Процедура получения γ -резонансных спектров. Инструментальное оформление, блок-схема Мессбауэровского спектрометра. Химический (изомерный) сдвиг, влияние химического окружения. Возможности γ -резонансной спектроскопии в химии и ограничения ее применения.