

Документ подписан электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Смирнов Сергей Николаевич
Должность: врио ректора
Дата подписания: 16.05.2024 13:02:41
Уникальный программный ключ:
69e375c64f7e975d4e8830e7b4fcc2ad1bf35f08

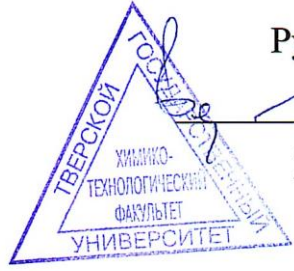
**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**
ФГБОУ ВО «ТВЕРСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Утверждаю:

Руководитель ООП

Феофанова М.А.

24 апреля 2024 г.



Рабочая программа дисциплины

Физические методы исследования

- Закреплена за кафедрой: **Физической химии**
- Направление подготовки: **04.03.01 Химия**
- Направленность (профиль): **Экспертная и медицинская химия**
- Квалификация: **Бакалавр**
- Форма обучения: **очная**
- Семестр: **7**

Программу составил(и):
д.х.н., зав. кафедрой, Пахомов Павел Михайлович

Тверь, 2024

1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ДИСЦИПЛИНЫ

Цели освоения дисциплины (модуля):

Целью освоения дисциплины является: изучение теоретических основ спектроскопических, интерференционно-дифракционных, визуальных и других физических методов исследования, непосредственное освоение методов спектрального анализа путем работы на спектрофотометрах, имеющихся в лаборатории спектроскопии, расшифровка и анализ полученных спектров, использование спектроскопических методов на практике (в научных исследованиях, заводских лабораториях и на производстве).

Задачи:

Задачами освоения дисциплины являются: в университетской подготовке химиков одной из важнейших задач является обучение проведению научных исследований в различных направлениях их специализации. Уровень исследований и ценность получаемых результатов непосредственно связаны с правильностью выбора и применением комплекса современных физических методов, которые могут помочь при решении поставленных перед исследователем химических и физико-химических проблем.

Преподавание данного курса имеет целью дать студенту понимание принципиальных основ, практических возможностей и ограничений важнейших для химиков физических методов исследования, знакомство с их аппаратным оснащением и условиями проведения эксперимента, умение интерпретировать и грамотно оценивать экспериментальные данные, в том числе публикуемые в научной литературе. Студент должен научиться также оптимальному выбору методов для решения поставленных задач и делать заключения на основании анализа и сопоставления всей совокупности имеющихся данных.

Преподавание данного курса должно базироваться на всех пройденных ранее дисциплинах, входящих в учебный план подготовки химиков в университетах, прежде всего математики, физики, квантовой механики и строения вещества, неорганической химии, органической химии и физической химии.

В курсе, кроме достаточно глубокого изучения таких важнейших и широко применяемых химиками методов, как УФ, ИК, КР-спектроскопия, ЯМР, ЭПР, масс-спектрометрия, определение дипольных моментов, студентам следует также получить представление о таких более экзотических методах, как газовая электронография, ЯКР.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ООП

Цикл (раздел) ОП: Б1.О

Требования к предварительной подготовке обучающегося:

Высокомолекулярные соединения
Избранные главы физической химии
Кристаллохимия
Хроматографический метод анализа и экспертная химия
Научно-исследовательская работа
Спектрофотометрия
Методика научного исследования
Органическая химия
Аналитическая химия
Физика
Математика
Строение вещества

Дисциплины (модули) и практики, для которых освоение данной дисциплины (модуля) необходимо как предшествующее:

Высокомолекулярные соединения
Избранные главы физической химии
Кристаллохимия

Коллоидная химия
 Научно-исследовательская работа
 Преддипломная практика

3. ОБЪЕМ ДИСЦИПЛИНЫ

Общая трудоемкость	3 ЗЕТ
Часов по учебному плану	108
в том числе:	
аудиторные занятия	51
самостоятельная работа	30
часов на контроль	27

4. ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ, СООТНЕСЕННЫЕ С ПЛАНИРУЕМЫМИ РЕЗУЛЬТАТАМИ ОСВОЕНИЯ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЙ ПРОГРАММЫ

ОПК-3.2: Использует стандартное программное обеспечение при решении задач химической направленности

ОПК-4.1: Использует базовые знания в области математики и физики при планировании работ химической направленности

ОПК-4.2: Обрабатывает данные с использованием стандартных способов аппроксимации численных характеристик

ОПК-4.3: Интерпретирует результаты химических наблюдений с использованием физических законов и представлений

ОПК-5.1: Использует современные IT-технологии при сборе, анализе, обработке и представлении информации химического профиля

5. ВИДЫ КОНТРОЛЯ

Виды контроля в семестрах:	
экзамены	7

6. ЯЗЫК ПРЕПОДАВАНИЯ

Язык преподавания: русский.

7. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

Код занят.	Наименование разделов и тем	Вид занятия	Семестр / Курс	Часов	Источники	Примечание
	Раздел 1. 1. ВВЕДЕНИЕ					
1.1	1. ВВЕДЕНИЕ	Лек	7	1		
	Раздел 2. 2. Полный электромагнитный спектр и спектроскопические методы исследования.					
2.1	Полный электромагнитный спектр и спектроскопические методы исследования.	Лек	7	2		
2.2	Полный электромагнитный спектр и спектроскопические методы исследования.	Ср	7	2		
2.3		Лек	7	0		

	Раздел 3. 3. Теоретические основы методов оптической спектроскопии (ИК, УФ и КР спектроскопия).					
3.1	Теоретические основы методов оптической спектроскопии (ИК, УФ и КР спектроскопия).	Лек	7	2		
3.2	Теоретические основы методов оптической спектроскопии (ИК, УФ и КР спектроскопия).	Ср	7	4		
	Раздел 4. 4. Качественный и количественный спектральный анализ.					
4.1	Качественный и количественный спектральный анализ.	Лек	7	2		
4.2	Качественный и количественный спектральный анализ.	Ср	7	6		
4.3		Лаб	7	26		
	Раздел 5. 5. Методы радиоспектроскопии (ЯМР и ЭПР).					
5.1	Методы радиоспектроскопии (ЯМР и ЭПР).	Лек	7	2		
5.2	Методы радиоспектроскопии (ЯМР и ЭПР).	Ср	7	4		
	Раздел 6. 6. Масс-спектрометрия и хроматография					
6.1	Масс-спектрометрия и хроматография	Лек	7	2		
6.2	Масс-спектрометрия и хроматография	Ср	7	4		
	Раздел 7. 7. Интерференционно-дифракционные методы исследования (рентгенография, электронография и нейтронография).					
7.1	Интерференционно-дифракционные методы исследования (рентгенография, электронография и нейтронография).	Лек	7	2		
7.2	Интерференционно-дифракционные методы исследования (рентгенография, электронография и нейтронография).	Ср	7	4		

	Раздел 8. 8. Визуальные методы исследования (оптическая, электронная и атомно-силовая микроскопия).					
8.1	Визуальные методы исследования (оптическая, электронная и атомно-силовая микроскопия).	Лек	7	2		
8.2	Визуальные методы исследования (оптическая, электронная и атомно-силовая микроскопия).	Ср	7	4		
8.3		Лаб	7	4		
	Раздел 9. 9. Методы изучения термических, оптических, реологических и других свойств вещества					
9.1	Методы изучения термических, оптических, реологических и других свойств вещества	Лек	7	2		
9.2	Методы изучения термических, оптических, реологических и других свойств вещества	Ср	7	2		
9.3		Лек	7	0		
9.4		Лаб	7	4		
	Раздел 10. Экзамен по курсу "Физические методы исследования"					
10.1	Физические методы исследования	Экзамен	7	27		

Образовательные технологии

ОПК-3

Способен применять расчетно-теоретические методы для изучения свойств веществ и процессов с их участием, используя современное программное обеспечение и базы данных профессионального назначения.

ОПК-4

Способен планировать работы химической направленности, обрабатывать и интерпретировать полученные результаты с использованием теоретических знаний и практических навыков решения математических и физических задач.

ОПК-5

Способен использовать информационные базы данных и адаптировать существующие программные продукты для решения задач профессиональной деятельности с учетом основных требований информационной безопасности.

Список образовательных технологий

1	Информационные (цифровые) технологии
2	Технологии развития критического мышления
3	Технологии развития дизайн-мышления
4	Методы группового решения творческих задач (метод Дельфи, метод 6-6, метод развивающей кооперации, мозговой штурм (метод генерации идей), нетворкинг и т.д.)

5	Тренинг
6	Портфолио
7	Дискуссионные технологии (форум, симпозиум, дебаты, аквариумная дискуссия, панельная дискуссия, круглый стол, фасилитированная и т.д.)

8. ОЦЕНОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ТЕКУЩЕЙ И ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ

8.1. Оценочные материалы для проведения текущей аттестации

В Приложение

8.2. Оценочные материалы для проведения промежуточной аттестации

В Приложение

8.3. Требования к рейтинг-контролю

Примерный перечень вопросов для подготовки к экзамену

1. Назовите ученых, внесших определяющий вклад в развитие спектральных методов анализа. Когда окончательно сформировался метод ИК спектроскопии?
2. Назовите основные виды спектроскопии.
3. Дайте классификацию спектроскопических методов по диапазонам электромагнитного спектра.
4. Почему спектроскопические методы исследования относятся к прямым физическим методам?
5. Проявление в ИК спектре конфигурационных, конформационных и деструкционных изменений.
6. Как методом ИК спектроскопии можно изучать фазовые переходы в веществе?
7. Основы рентгеноструктурного анализа.
8. В чем суть метода дейтерозамещения в ИК спектральном анализе?
9. Как определить энергию водородных связей и их концентрацию?
10. Как изучать строение поверхности материала методом ИК спектроскопии?
11. Какие колебания осцилляторов (химических групп) расположены в ближней, средней и дальней ИК областях?
12. Как изучать упругую и высокоэластическую деформации полимеров методом ИК спектроскопии?
13. Как изучать деструкционные процессы с помощью метода ИК спектроскопии?
14. В чем заключаются преимущества метода Фурье-ИК спектроскопии перед обычным методом ИК спектроскопии?
15. Влияние рассеяния на ИК спектр поглощения. Метод базисной линии.
16. В чем суть метода «отпечатков пальцев»?
17. Как оценить степень ориентации того или иного молекулярного сегмента с помощью метода ИК спектроскопии?
18. Оценка длины транс-цепи методом продольной акустической моды.
19. Принцип действия полимерного световода. Причины светопотерь в нем.
20. Как получить ИК спектр полимерного волокна?
21. В чем суть реооптических исследований?
22. Принципы метода НПВО.
23. Запись спектров в режиме IMAGE.
24. Качественный ИК спектральный анализ. Характеристические полосы поглощения.
25. Основные валентные и деформационные колебания.
26. Количественный ИК спектральный анализ. Суть закона Ламберта-Бугера-Бера.
27. Оценка и причины погрешности в количественном ИК спектральном анализе.
28. Основные характеристики ИК полосы поглощения.

29. ИК дихроизм и ориентационное состояние полимеров.
30. Как изучать фазовые переходы в веществе методом термического анализа?
31. В чем суть метода дейтерозамещения?
32. Конформационные дефекты и их проявление в ИК спектре.
33. Водородная связь и ее проявление в ИК спектре.
34. Ближняя, средняя и дальняя ИК области.
35. Преимущества метода Фурье-ИК спектроскопии перед обычным методом ИК спектроскопии.
36. Влияние рассеяния на ИК спектр поглощения. Метод базисной линии.
37. Определение среднего размера рассеивающих частиц (поры, частицы наполнителя и др.) в полимерной матрице путем анализа рассеянного излучения в оптическом спектре.
38. В чем суть метода «отпечатков пальцев»?
39. Как оценить степень ориентации того или иного молекулярного сегмента с помощью метода ИК спектроскопии?
40. Оценка длины транс-цепи методом продольной акустической моды.
41. ИК спектроскопия в режиме IMAGE.
42. Принцип действия полимерного световода. Причины светопотерь в нем.
43. Как получить ИК спектр полимерного волокна?
44. В чем суть реооптических исследований?
45. Основы метода УФ спектроскопии.
46. КР–спектроскопия. Специфика метода и задачи, решаемые с ее применением.
47. Методы ЯМР и ЭПР спектроскопии.
48. Визуальные методы исследования.
49. Методы светорассеяния.
50. Метод масс-спектрометрии.
51. Интерференционно-дифракционные методы.
52. Микроскопические методы.
53. Термический анализ.

9. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

9.1. Рекомендуемая литература

9.3.1 Перечень программного обеспечения

1	Kaspersky Endpoint Security 10 для Windows
2	Adobe Acrobat Reader
3	Google Chrome
4	ABBYY Lingvo x5
5	Эко центр. Пластмассы и полимеры
6	SMART Notebook
7	MATLAB R2012b
8	Origin 8.1 Sr2
9	HyperChem
10	STATGRAPHICS Centurion XVI.И

9.3.2 Современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы

1	Электронная коллекция книг Оксфордского Российского фонда
2	БД Web of Science

3	БД Scopus
4	Патентная база компании QUESTEL- ORBIT
5	Архивы журналов издательства Nature
6	Архивы журналов издательства Oxford University Press
7	Ресурсы издательства Springer Nature
8	Журналы издательства Taylor&Francis
9	Журналы American Chemical Society (ACS)
10	Виртуальный читальный зал диссертаций Российской государственной библиотеки (РГБ)
11	Репозиторий ТвГУ
12	Научная электронная библиотека eLIBRARY.RU (подписка на журналы)
13	ЭБС BOOK.ru
14	ЭБС ТвГУ
15	ЭБС «Лань»

10. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

Аудит-я	Оборудование
3-421	комплект учебной мебели, микроскопы, весы, Фурье ИК спектрометр, дополнительное оборудование для ИК Фурье спектрометра , комплекс
3-412	комплект учебной мебели, переносной ноутбук, проектор, монометр универсальный, огнетушитель, печь муфельная, плитка эл., поляриметры,

11. МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ОБУЧАЮЩИХСЯ ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

ВВЕДЕНИЕ

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. Основы теории ошибок в эксперименте.

Тема 1. ПОЛНЫЙ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЙ СПЕКТР И СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.

Разделение полного электромагнитного спектра на диапазоны. Типы электромагнитного излучения для различных диапазонов и процессы, происходящие при поглощении или излучении электромагнитного излучения. Роль спектроскопических методов в изучении строения и свойств вещества.

Тема 2. 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, средняя и дальняя ИК области. Активные колебания. Прямая 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.

Тема 3. 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.

Тема 4. 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.

Тема 5. 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 адсорбции.

Тема 6. ИНТЕРФЕРЕНЦИОННО-ДИФРАКЦИОННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ (РЕНТГЕНОГРАФИЯ, ЭЛЕКТРОНОГРАФИЯ И НЕЙТРОНОГРАФИЯ)

Открытие рентгеновских лучей. Теоретические основы рентгеноструктурного анализа. Геометрия дифракции. Уравнение Вульфа-Брегга. Большой и малый периоды. Методы Лауэ и Дебая-Шерера. Структурные задачи, решаемые методами большеугловой и малоугловой рентгеновской дифракции. Методы электронографии и нейтронографии. Их сходство и различие с методом рентгенографии.

Тема 7. ВИЗУАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ (ОПТИЧЕСКАЯ, ЭЛЕКТРОННАЯ И АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ).

Создание первого оптического микроскопа А. Левенгуком. Понятия разрешающая способность и числовая апертура объектива. Возможности оптической микроскопии. Просвечивающая и сканирующая электронная микроскопия. Теоретические основы и

принцип работы электронного микроскопа. Возможности метода электронной микроскопии. Атомно-силовая и сканирующая туннельная микроскопии.

Тема 8. МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ ТЕРМИЧЕСКИХ, ОПТИЧЕСКИХ, РЕОЛОГИЧЕСКИХ И ДРУГИХ СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВА

Основы методов термографии: ДТА, ДСК, ТГА и дилатометрия. Термические свойства вещества. Оптические световоды и их светопропускание. Причины светопотерь в световоде. Законы течения (реологии) жидкости и вискозиметрические методы. Электрические, диффузионные, сорбционные и другие свойства материала. Методы их изучения.

Примерный перечень вопросов для подготовки к экзамену

1. Назовите ученых, внесших определяющий вклад в развитие спектральных методов анализа. Когда окончательно сформировался метод ИК спектроскопии?
2. Назовите основные виды спектроскопии.
3. Дайте классификацию спектроскопических методов по диапазонам электромагнитного спектра.
4. Почему спектроскопические методы исследования относятся к прямым физическим методам?
5. Проявление в ИК спектре конфигурационных, конформационных и деструкционных изменений.
6. Как методом ИК спектроскопии можно изучать фазовые переходы в веществе?
7. Основы рентгеноструктурного анализа.
8. В чем суть метода дейтерозамещения в ИК спектральном анализе?
9. Как определить энергию водородных связей и их концентрацию?
10. Как изучать строение поверхности материала методом ИК спектроскопии?
11. Какие колебания осцилляторов (химических групп) расположены в ближней, средней и дальней ИК областях?
12. Как изучать упругую и высокоэластическую деформации полимеров методом ИК спектроскопии?
13. Как изучать деструкционные процессы с помощью метода ИК спектроскопии?
14. В чем заключаются преимущества метода Фурье-ИК спектроскопии перед обычным методом ИК спектроскопии?
15. Влияние рассеяния на ИК спектр поглощения. Метод базисной линии.
16. В чем суть метода «отпечатков пальцев»?
17. Как оценить степень ориентации того или иного молекулярного сегмента с помощью метода ИК спектроскопии?
18. Оценка длины транс-цепи методом продольной акустической моды.
19. Принцип действия полимерного световода. Причины светопотерь в нем.
20. Как получить ИК спектр полимерного волокна?
21. В чем суть реооптических исследований?
22. Принципы метода НПВО.
23. Запись спектров в режиме IMAGE.
24. Качественный ИК спектральный анализ. Характеристические полосы поглощения.
25. Основные валентные и деформационные колебания.
26. Количественный ИК спектральный анализ. Суть закона Ламберта-Бугера-Бера.
27. Оценка и причины погрешности в количественном ИК спектральном анализе.
28. Основные характеристики ИК полосы поглощения.
29. ИК дихроизм и ориентационное состояние полимеров.
30. Как изучать фазовые переходы в веществе методом термического анализа?
31. В чем суть метода дейтерозамещения?
32. Конформационные дефекты и их проявление в ИК спектре.
33. Водородная связь и ее проявление в ИК спектре.
34. Ближняя, средняя и дальняя ИК области.

35. Преимущества метода Фурье-ИК спектроскопии перед обычным методом ИК спектроскопии.
36. Влияние рассеяния на ИК спектр поглощения. Метод базисной линии.
37. Определение среднего размера рассеивающих частиц (поры, частицы наполнителя и др.) в полимерной матрице путем анализа рассеянного излучения в оптическом спектре.
38. В чем суть метода «отпечатков пальцев»?
39. Как оценить степень ориентации того или иного молекулярного сегмента с помощью метода ИК спектроскопии?
40. Оценка длины транс-цепи методом продольной акустической моды.
41. ИК спектроскопия в режиме IMAGE.
42. Принцип действия полимерного световода. Причины светопотерь в нем.
43. Как получить ИК спектр полимерного волокна?
44. В чем суть реооптических исследований?
45. Основы метода УФ спектроскопии.
46. КР-спектроскопия. Специфика метода и задачи, решаемые с ее применением.
47. Методы ЯМР и ЭПР спектроскопии.
48. Визуальные методы исследования.
49. Методы светорассеяния.
50. Метод масс-спектрометрии.
51. Интерференционно-дифракционные методы.
52. Микроскопические методы.
53. Термический анализ.

Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины:

1.
 - а) Основная литература
 1. Пахомов П.М., Хижняк С.Д., Андрианова Я.В. Физические методы исследования. 2-е изд., перераб. и доп. Учеб. пособие для хим. фак. ун-тов 2016. 292 с. (имеется в библиотеке ТвГУ).
 2. Тагер А.А. Физико-химия полимеров. 2007. 4-е изд., перераб. и доп. Учеб. пособие для хим. фак. ун-тов / А. А. Тагер; под ред. А. А. Аскадского. - М. : Научный мир, 2007. - 573с.
<http://turbobit.net/7u9kxwwqampy.html>.
 3. Никитина Н. Г. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа : учебник и практикум для вузов / Н. Г. Никитина, А. Г. Борисов, Т. И. Хаханина; под ред. Н. Г. Никитиной. - 4-е изд. - Электрон. дан. - Москва : Юрайт, 2020. - 394 с. - (Высшее образование). - Режим доступа: <https://urait.ru/bcode/449690>
 4. Валова (Копылова) В. Д. Физико-химические методы анализа : учебное пособие / В. Д. Валова (Копылова), Л. Т. Абесадзе Лия Таймуразова; Российский университет кооперации. - 4. - Москва : Издательско-торговая корпорация "Дашков и К", 2022. - 220 с. - ВО - Бакалавриат. – Режим доступа: <https://znanium.com/catalog/document?id=432246>
 5. Физико-химические методы анализа : учебное пособие для вузов / В. Н. Казин [и др.]; под ред. Плисса Е.М. - Электрон. дан. - Москва : Юрайт, 2021. - 201 с. - (Высшее образование). - URL: <https://urait.ru/bcode/485733>

б) Дополнительная литература:

1. Высокомолекулярные соединения : учебник и практикум для академического бакалавриата / под ред. А. Б. Зезина. – М.: Издательство Юрайт, 2016. – 340 с. – Серия : Бакалавр. Академический курс; ISBN 978-5-9916-5603-0. То же [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <https://nashol.com/2017022893334/visokomolekulyarnie-soedineniya-zezina-a-b-2016.html>
2. Киреев В.В. Высокомолекулярные соединения : учебник для бакалавров. – М.: Издательство Юрайт, 2013. – 602 с. – Серия : Бакалавр. Углубленный курс. ISBN 978-5-9916

-2280-6. Режим доступа: http://static.ozone.ru/multimedia/book_file/1009501915.pdf.

3. Пахомов П.М. Основы физики и химии полимеров. 2016. 163 с. Тверь: ТвГУ (имеется в библиотеке ТвГУ).

4. Кленин В. И. Высокомолекулярные соединения [Электронный ресурс] / В. И. Кленин, И. В. Федусенко. - 2-е изд., испр. - Санкт-Петербург : Лань, 2022. - 512 с. - Книга из коллекции Лань - Химия. – Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/211184>

2. Программное обеспечение

а) Лицензионное программное обеспечение:

- Microsoft Office профессиональный плюс 2013
- Microsoft Windows 10 Enterprise
- HyperChem
- Origin 8.1
- ISISDraw 2.4 Standalone

б) Свободно распространяемое программное обеспечение Google Chrome

3. Современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы

- ЭБС «ZNANIUM.COM» www.znanium.com;
- ЭБС «Университетская библиотека онлайн» <https://biblioclub.ru/>;
- ЭБС «Лань» <http://e.lanbook.com>

4. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины:

1. Виртуальная образовательная среда ТвГУ (<http://moodle.tversu.ru>)
2. Научная библиотека ТвГУ (<http://library.tversu.ru>)
 - <http://library.tversu.ru>
 - <http://www.iprbookshop.ru/>
 - <https://biblioclub.ru/>
 - <https://www.nature.com/>
 - <https://rd.springer.com/>

Оценочные материалы для проведения текущей и промежуточной аттестации

РАССЧЕТ БАЛЛОВ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ» 1 модуль

№	Результат (индикатор)	Вид работы / способ	Критерии оценивания
1	ОПК-3.2	Лабораторные работы - 3	8 баллов
2	ОПК-4.1 ОПК-4.2 ОПК-4.3 ОПК-5.1	Коллоквиум №1	8 баллов (коллоквиум включает решение тестовых заданий – 4 балла, ответы на вопросы – 4 балла)
3		Выполнение домашней работы	10
4		Посещаемость	2

5		Работа на занятии	2
		Итого:	30

2 модуль

№	Результат (индикатор)	Вид работы / способ	Критерии оценивания
1	ОПК-3.2	Лабораторные работы - 3	8 баллов
2	ОПК-4.1 ОПК-4.2 ОПК-4.3 ОПК-5.1	Коллоквиум №2	8 баллов (коллоквиум включает решение тестовых заданий – 4 балла, ответы на вопросы – 4 балла)
3		Выполнение домашней работы	10
4		Посещаемость	2
5		Работа на занятии	2
		Итого:	30
6		Экзамен	40 (4 задания в билете по 10 баллов)
		Итого за семестр	100 баллов

Текущий контроль успеваемости

1 модуль

Лабораторные работы

Лабораторная работа №1. Исследование химического состава полимеров методом ИК спектроскопии

Цель работы – ознакомление с методикой идентификации химического строения полимера по его ИК спектру.

Приборы и реактивы

- ИК спектрометр Spесord 75 IR или другой.
- Набор различных полимерных пленок для идентификации.

Техника безопасности:

- Ознакомится с инструкцией к прибору.
- Не начинать работу на приборе без преподавателя.

Порядок выполнения работы:

- Ознакомится с инструкцией к прибору
- Записать спектры пленочных образцов в среднем ИК диапазоне (4000 - 400 см⁻¹).
- С помощью масштабной линейки определить точное значение характеристических полос поглощения в спектрах.
- Произвести интерпретацию спектра по полосам поглощения с помощью корреляционных таблиц (отнесение основных характеристических ИК полос поглощения).

- Написать для каждого образца его структурную формулу.

Форма отчета: ИК спектры полимеров, частоты основных максимумов поглощения для каждого соединения и их отнесение, а также химическая формула полимера.

Лабораторная работа №2. Количественное определение содержания карбонильных групп в полиэтилене методом ИК спектроскопии

Цель работы: Проведение количественного анализа в ИК-области спектра образцов термоокисленного и неокисленного полиэтилена.

Образцы и реактивы: Полиэтилен окисленный и неокисленный.

Оборудование: ИК спектрофотометр Specord 75 IR , Фурье ИК спектрометр Equinox 55, пресс гидравлический лабораторный

Теоретические основы метода

В основу метода определения содержания карбонильных групп лежит закон *Бугера—Ламберта—Бера*, связывающий интенсивность монохроматического светового потока (I_0), падающего на образец, и потока (I), прошедшего через него, с характеристиками молекул исследуемого (поглощающего) вещества и его концентрацией в образце:

$$I = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon cd},$$

где ε – удельный коэффициент поглощения. л/(моль·см); c – концентрация вещества. Моль/ л; d – толщина слоя, см.

В практической работе используют логарифмическую форму записи закона Бугера-Ламберта-Бера:

$$\lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon cd = D,$$

где D — оптическая плотность вещества.

Работая на ИК спектрометрах, измеряют отношение I_0/I , которое называется *коэффициентом пропускания*. Спектр поглощения представляет собой зависимость *пропускания* $T = [I_0/I] \cdot 100$ (в %) от частоты колебания ν .

Из курса физики известно, что частота колебания света $\nu = c \cdot l / \lambda$ (где c — скорость света в вакууме). Величина l / λ измеряется в см⁻¹ и носит название *волнового числа*; очень часто его называют частотой (что не точно). Следовательно, правильнее было бы говорить, что спектр поглощения – это зависимость пропускания от волнового числа.

Каждой химической группе соответствуют определенные частоты (волновые числа) колебания, следовательно, и полосы поглощения в ИК спектре. Эти полосы называют *характеристическими*. Зная характеристические полосы (частоты) поглощения и спектр вещества, можно идентифицировать группы, входящие в состав вещества, а также и само вещество.

Длина волны λ в максимуме поглощения, либо частота колебания ν , или волновое число определяют положение полосы в спектре. Кроме того, каждая полоса в спектре может быть охарактеризована интенсивностью, шириной и типом поляризации.

Интенсивность полосы характеризует концентрацию данных химических групп, поглощающих свет с длиной волны λ , а также молекулярную структуру вещества. Так, наиболее интенсивными в спектре являются пики, отвечающие валентным колебаниям. Различают интенсивность в максимуме поглощения и интегральную интенсивность (площадь под полосой поглощения). Полосы поглощения делят на *сильные*, *средние* и *слабые* в зависимости от интенсивности полосы а максимуме поглощения или от площади под контуром полосы.

В табл. приведены частоты наиболее интенсивных полос поглощения некоторых часто встречающихся функциональных групп.

Таблица 8.5. Волновые числа характеристического поглощения некоторых химических групп

Группа	Область поглощения	Группа	Область поглощения
О-Н	3760-3360	СН ₃ или СН ₂	1475-1430
С-Н	3279-2703	Карбонил	1850—1650
С-О (ненасыщенный С)	1300-1170	Альдегиды и кетоны	1725-1690
С-О (насыщенный С)	1170-1050	Карбоксил	1700-1670
Карбоксилатные ионы	1610—1560	Аминокислоты	1615—1510

Совершенно очевидно, что альдегиды, кетоны и карбоксилсодержащие молекулы нельзя идентифицировать, зная положение полосы поглощения только группы С=О, которая входит во все эти молекулы. Однако кроме полосы поглощения, характерной для группы С=О, каждая из этих функциональных групп дает и еще дополнительную характеристическую полосу поглощения; например, альдегидная группа – полосу для –С–Н, карбоксильная – для –О–Н.

В ИК спектрах полиэтиленов, полученных различными способами, наблюдаются различия, которые являются результатом отклонения структуры полиэтилена от линейной цепи —СН₂—. На этом основано аналитическое приложение ИК спектроскопии к определению степени ненасыщенности, концентрации метильных групп и боковых ответвлений в полиэтиленах различных марок. Различие спектров окисленного и неокисленного образцов полиэтиленов заметно по появлению в ИК спектре окисленных образцов полосы поглощения карбонильной группы при 1724 см⁻¹.

Методика работы

Образцы для анализа готовят в виде пленок толщиной 0,4–0,6 мм путем горячего прессования на лабораторном прессе при температуре 150–160 °С и давлении 30 МПа (300 кгс/см²). Для получения образца определенной толщины в пресс-форму вкладывают ограничитель соответствующей толщины с круглыми ячейками. Навеску образца полиэтилена G рассчитывают по формуле

$$G = \pi r^2 \delta \rho,$$

где r — радиус ячейки, см; δ — толщина образца, см; ρ — плотность полиэтилена, г/см³.

В качестве аналитической полосы для проведения количественного анализа используют полосу при 1720 см⁻¹ (5,82 мкм), соответствующую валентным колебаниям карбонильных групп кетонного и альдегидного типа.

Поэтому ИК спектры исследуемых образцов записывают в области 1600 – 1800 см⁻¹ (6,25–5,55 мкм). Определяют значение оптической плотности в максимуме полосы поглощения при 1720 см⁻¹ методом базовой линии.

На рис. ниже представлен пример обработки спектра для количественного анализа. Базовой линией называют касательную к минимумам измеряемой полосы поглощения. Так, для полосы А процент пропускания может быть рассчитан по формуле $T_A = (I_{A1}/I_0) \cdot 100$ [или $= (T_{A1}/T_0) \cdot 100$, так как $I_{A1}/I_0 = T_{A1}/T_0$], а для расчета оптической плотности необходимо воспользоваться выражением $D_A = \lg(I_0/I_A)$.

По вычисленному значению оптической плотности определяют содержание карбонильных групп (M_{CO}) в полиэтилене, пользуясь расчетной формулой:

$$M_{CO} = K \frac{D_{1720}}{\delta},$$

где $K=0,0433$ – постоянный коэффициент; D_{1720} – оптическая плотность образца в максимуме аналитической полосы; δ – толщина образца, см.

Пример расчета:

$$D_{1720} = \lg \frac{I_0}{I} = \frac{63}{40,2} = 0,146; \quad M_{CO} = 0,0433 \cdot \frac{0,196}{0,046} = 0,18\%.$$

Лабораторная работа №3.

Исследование супрамолекулярных систем методом ДСР (определение размеров частиц)

Измерение интенсивности светорассеяния в исследуемых системах проводили методом ДСР с использованием анализатора Zetasizer «Nano ZS» (фирма «Malvern») с He-Ne-лазером (633 нм) мощностью 4 мВт. Все измерения осуществлялись при температуре 25 °С в конфигурации обратного рассеяния (173°), обеспечивающей наибольшую чувствительность прибора. Математическая обработка результатов полученных кросс-корреляционных функций флуктуаций интенсивности рассеянного света $g_2(\tau)$ проводилась в программе Zetasizer Software, где решение полученного уравнения зависимости $g_2(\tau)$ от коэффициента диффузии производилось методом куммулянтов. Результатом решения являлась функция $z(D)$. Гидродинамические радиусы рассеивающих частиц рассчитывались из коэффициентов диффузии по формуле Стокса-Энштейна: $D = kT/6\pi\eta R$, где D – коэффициент диффузии, k – константа Больцмана, T – абсолютная температура, η – вязкость среды, R – радиус рассеивающих частиц.

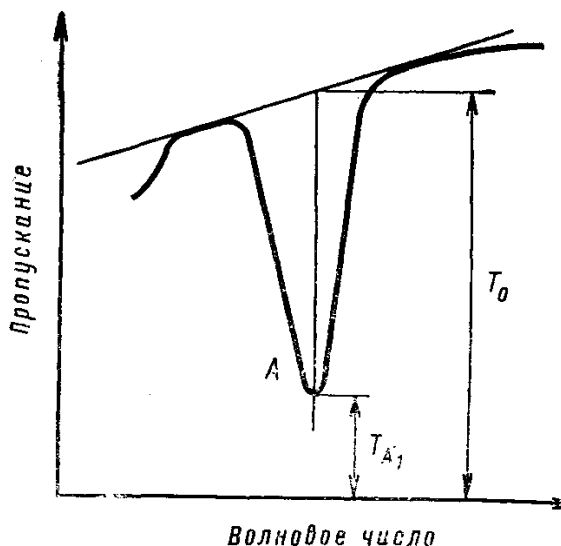


Рис. Пример обработки ИК спектра по методу базовой линии

Задание

- 1) Записать ИК спектры термоокисленных и нетермоокисленных пленок ПЭ.
- 2) По полученным ИК спектрам объяснить различие в строении окисленного и неокисленного ПЭ.
- 3) Используя закон Бугера-Ламберта-Бера, определить содержание карбонильных групп $C=O$ в термоокисленных пленках полиэтилена по ИК полосе поглощения на частоте $\sim 1720 \text{ см}^{-1}$.

Контрольные вопросы

- 1) Приведите две формы записи закона Бугера-Ламберта-Бера: интегральную и дифференциальную.
- 2) Поясните сущность метода определения количественного содержания той или иной функциональной группы.
- 3) Почему при сравнении термоокисленной пленки и нетермоокисленной их толщина должна быть одинаковой? Как толщина образца влияет на вид спектра?
- 4) Рассчитайте длину волны (нм) и волновое число (см^{-1}) для каждой перечисленной ниже частоты электромагнитного излучения (Гц): 1) $1,97 \cdot 10^9$; 2) $4,75 \cdot 10^{13}$; 3) $6,23 \cdot 10^{15}$; 4) $9,56 \cdot 10^{19}$.

1. ВВЕДЕНИЕ

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. Основы теории ошибок в эксперименте.

2. ПОЛНЫЙ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЙ СПЕКТР И СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.

Разделение полного электромагнитного спектра на диапазоны. Типы электромагнитного излучения для различных диапазонов и процессы, происходящие при поглощении или излучении электромагнитного излучения. Роль спектроскопических методов в изучении строения и свойств вещества.

3. 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, средняя и дальняя ИК области. Активные колебания. Прямая 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.

4. 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.

5. 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.

2 модуль

Лабораторные работы

Лабораторная работа №4. Спектрофотометрическое определение диссоциации тиольной группы в молекуле цистеина

Цель работы: ознакомление с методикой определения диссоциации тиольной группы по УФ спектру. Спектрофотометрическое определение оптической плотности SH-группы

Приборы и реактивы:

1. УФ спектрометр Specord M40.
2. Набор кювет толщиной 1 см.
3. Мерные колбы на 50 и 25 мл.

Техника безопасности:

1. Ознакомится с инструкцией к прибору.
2. Проверить заземление прибора.
3. Не включать прибор в сеть без преподавателя.
4. Соблюдать меры предосторожности при работе со щелочами.

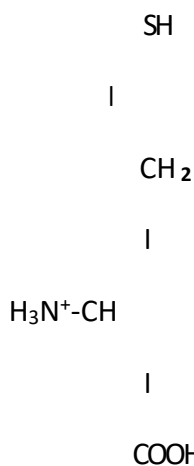
Краткая теория.

Цистеин – аминокислота, содержащая три функциональные группы: карбоксильную, тиольную и аминогруппа.

Цистеин является одной из 20 а белках основаны на свободной SH гр. группы используются для образовани

Поскольку цистеин – одна из физических свойств необходимо для процессах. Фундаментальное свойств связано с кислотностью его функций

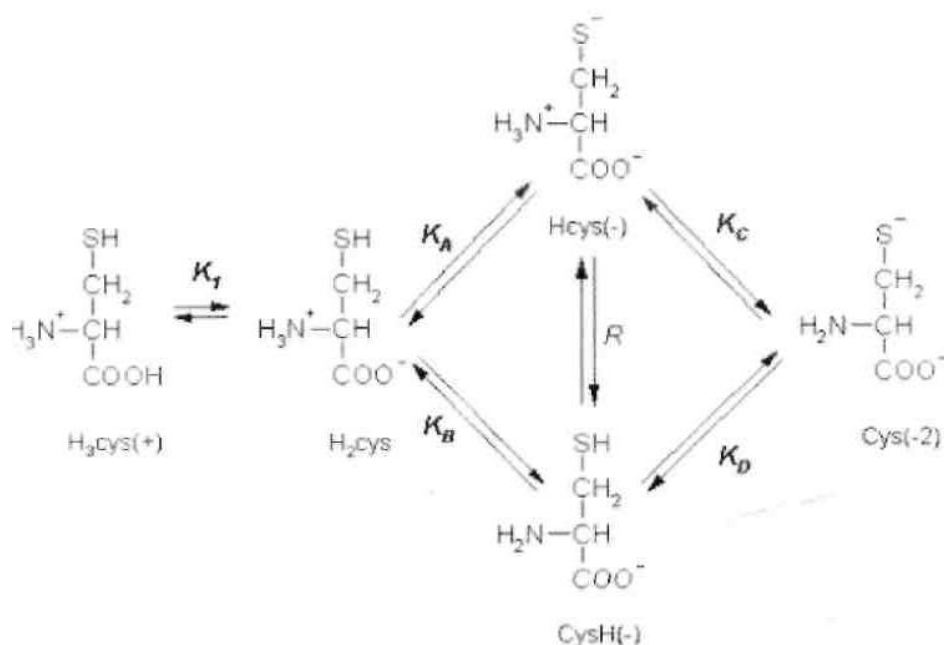
Диссоциация цистеина может :



в состав белков. Функции цистеина в юм мостике. Амино- и карбоксильная

нокислот, знание его химических и гой аминокислоты в биохимических пощее его химическую активность,

щей схеме:



В зависимости от pH цистеин может иметь заряд от +1 ($H_3Cys(+)$) до -2 ($Cys(-2)$). pK_1 карбоксильной группы очень низкая и легко определяется. Однако амино- и тиольная группы имеют почти одинаковые pK_a 's, и поэтому сложно определить приоритет между $Hcys(-)$ и $cysH(+)$ в силу неопределенности какая из этих двух групп диссоциирует в первую очередь.

Порядок выполнения работы

- Зафиксировать комнатную температуру, постараться все измерения провести при одной и той же температуре, если это возможно;
 - Следует приготовить следующие растворы:
50 мл 0.5M NaOH
0.005 M ацетатный буфер (CH_3COONH_4) с pH = 4.5.
 NH_4Cl буферы с pH= 10.0, 10.5, 10.8 и 11.0
 - Приготовьте раствор хлорида цистеина 4.0×10^{-3} M в 50 мл мерной колбе. Отберите 6 аликвот по 2мл в мерные колбы на 50 мл и доведите до метки, добавляя различные буферные растворы - один ацетатный, четыре аммонийных - и в одну раствор гидроксида натрия.
 - Измерить pH каждого раствора и затем определить их оптическую плотность в кварцевой кювете с толщиной слоя 1 см в диапазоне 220-255 нм на спектрометре "Specord M40". В качестве фона использовать дистиллированную воду.
 - Перенести данные из программы "Softspectra" в программу "Origin" построить зависимости оптической плотности (D) от длины волны. Определить значение D при длине волны 232 и 248 нм. Данные занести в таблицу.
- По уравнению Бугера-Ламберта-Бера (8.6) рассчитать экстинкцию полос 232 и 248 нм

$$D = \epsilon cl \quad (1)$$

(D – оптическая плотность, ϵ – молярный коэффициент поглощения или экстинкция, c – концентрация исследуемого раствора, l – толщина слоя)

Таблица 1. Форма записи экспериментальных результатов

Номер исследуемого раствора	pH	D_{232}	D_{248}	ϵ_{232}	ϵ_{248}

--	--	--	--	--	--

По уравнению (1) рассчитайте диссоциацию тиольной группы:

$$D_s(-) = \frac{D_{232nm}(pH = 10 \text{ to } 11) - D_{232nm}(pH = 4.5)}{D_{232nm}(pH > 12) - D_{232nm}(pH = 4.5)} \quad (2)$$

Контрольные вопросы

- Что называется цвиттерионом?
- Сформулируйте закон Бугера-Ламберта-Бера;
- Что такое буферный раствор;
- Почему оптическая плотность не более 1 является наиболее корректной для измерений.

Лабораторная работа №5. Определение мутности воды по изменению величины рассеяния света на взвешенных частицах.

Цель работы: проведение измерений по определению показателя степени мутности для суспензий разной концентрации турбидиметрическим методом

Реактивы и оборудование

Фотоколориметр или турбидиметр

Стандартная суспензия аморфного диоксида кремния с мутностью 0,1 г/дм³.

Мерные колбы объемом 50 см³

Пипетки мерные на 5 см³

Теоретические основы

Мутность воды измеряют турбидиметрическим методом, используя фотометрическое измерение ослабления интенсивности проходящего света. Величину мутности находят, сравнивая с мутностью стандартных суспензий. В качестве стандарта выбраны суспензии аморфного диоксида кремния. Жёлтый или другой цвет пробы воды не влияет на определение, поскольку фотометрирование проводят при зеленом светофильтре и по отношению к воде, имеющей близкую окраску.

Мутность воды - результат взаимодействия между светом и взвешенными в воде частицами. Проходящий через абсолютно чистую жидкость луч света остается практически неизменным, хотя, даже в абсолютно чистой воде, молекулы вызывают рассеяние света на некоторый, хоть и очень малый, угол. В результате, ни один раствор не обладает нулевой мутностью. Если в образце присутствуют взвешенные твердые частицы, то результат взаимодействия образца с проходящим светом зависит от размера, формы и состава частиц, а также от длины волны (цвета) падающего света. Определение мутности важно, поскольку мутность - это простой и неопровержимый показатель изменения качества воды. Внезапное изменение мутности может указывать на дополнительный источник загрязнения (биологический, органический или неорганический) или сигнализировать о проблемах в процессе обработки воды.

Важным показателем качества воды, используемой практически для любой цели, является наличие механических примесей - взвешенных веществ, твердых частиц ила, глины, водорослей и других микроорганизмов, и других мелких частиц. Допустимое количество взвешенных веществ колеблется в широких пределах, как и возможное их содержание. Взвешенные в воде твердые частицы нарушают прохождение света через образец воды и создают количественную

характеристику воды, называемую мутностью. Мутность можно рассматривать как характеристику относительной прозрачности воды. Измерение мутности - это измерение величины рассеяния света на взвешенных частицах.

Мутность воды определяют фотометрически (турбидиметрически - по ослаблению проходящего света или нефелометрически - по светорассеянию в отраженном свете), а также визуально - по степени мутности столба высотой 10-12 см в мутномерной пробирке. Результат измерений выражают в мг/дм³ при использовании основной стандартной суспензии каолина или в ЕМ/дм³ (единицы мутности на дм³) при использовании основной стандартной суспензии формазина. Последнюю единицу измерения называют также Единица Мутности по Формазину (ЕМФ) или в западной терминологии FTU (Formazine Turbidity Unit).

$$1\text{FTU}=1\text{ЕМФ}=1\text{ЕМ}/\text{дм}^3. \quad (1)$$

Ход работы

Построение градуировочного графика. Для приготовления эталонных суспензий берут 5 мерных колб вместимостью 50 дм³ и вводят 1, 2, 3, 4, 5 см³ хорошо перемешанной основной суспензии, что соответствует мутности 2, 4, 6, 8, 10 мг/дм³. Доводят объём раствора дистиллированной водой до метки и закрывают пробкой. Перед фотометрированием стандартные суспензии ещё раз тщательно перемешивают и проводят определение оптической плотности (длина кюветы 5см, длина волны – 530 нм, раствор-фон – вода. Строят градуировочный график зависимости оптической плотности раствора от мутности; мг/дм³.

Анализ пробы. Определяют оптическую плотность исследуемой пробы воды и по градуировочному графику находят значение мутности в мг/дм³.

Полученные данные записать в табл. 1:

Таблица 1. Форма записи экспериментальных результатов

№ пробы	концентрация, М	оптическая плотность, нм	значение мутности, мг/дм ³

Контрольные вопросы и тестовые задания

1. Какие физические показатели качества воды анализируются
2. При какой температуре питьевая вода имеет наиболее благоприятный вкус и почему?
3. Какие особенности нормирования температуры и мутности воды при сбросе сточных вод?
4. Какие четыре вкуса воды выделяют? Что такое привкусы?
5. В каких единицах измеряется мутность?
6. В каких единицах измеряется цветность воды? Какие стандартные шкалы при этом используют?
7. Когда говорят о прозрачности воды, а когда о мутности, характеризуя наличие в воде взвешенных частиц?
8. В баллах не оценивается:
 - а) запах;
 - б) вкус;
 - в) мутность.
9. Фотокolorиметр используют при определении
 - а) мутности воды;
 - б) цветности воды;

в) прозрачности воды.

10. Выберите все правильные ответы.

Высота столба воды при определении прозрачности воды может измеряться:

а) по диску Секки;

б) по стандартному шрифту;

в) по кресту.

Лабораторная работа №6. Определение энергии диссоциации молекулы I_2

Молекулярные спектры. Как всякая квантовая система, молекула обладает набором дискретных энергетических уровней. При переходе с одного уровня на другой может излучаться фотон соответствующей энергии. Распределением интенсивности излучения или коэффициентом поглощения по частотам (или длинам волн) называется соответственно спектром излучения или поглощения молекулы. Для молекул характерны "полосатые" спектры, состоящие из линий, группирующихся в полосы – совокупности близко расположенных линий. Характер экспериментально наблюдаемого спектра зависит от спектральной области и разрешающей способности прибора.

Энергия двухатомной молекулы. Двухатомные молекулы типа I_2 состоят из двух ядер, окруженных электронными оболочками. Внешние оболочки образованы валентными электронами, которые являются "общими" для обоих ядер. За счет перехода таких электронов от одного ядра к другому возникает так называемое обменное взаимодействие, обеспечивающее связь ядер между собой и устойчивость молекулы.

Различным конфигурациям внешних оболочек молекулы соответствуют дискретные значения энергии, называемые электронной. E_n ($n=1,2,3\dots$) с ростом квантового числа n энергия растет. Для каждого состояния характерно свое равновесное состояние между ядрами. Как правило, "сильнее" всего связаны ядра в основном состоянии. ($n=1$; $r_1-\min$) С ростом n r_n растет.

Ядра могут совершать колебания около своих положений равновесия. Энергия таких колебаний – колебательная энергия – квантуется:

$$E_v = hv_n(v + 1/2) - hv_n x_n (v + 1/2)^2 \quad (1)$$

Здесь первое слагаемое – энергия гармонического осциллятора с собственной частотой ν_n , зависящей от электронного состояния. $V=0,1,2,\dots$ – колебательное квантовое число. Второе слагаемое – поправка на ангармонизм – учитывает отступление от гармонического закона. Обычно X_n – коэффициент ангармонизма ($X_n \ll 1$), поэтому второе слагаемое существенно только при больших v , т.е. при больших колебаниях ядер.

Энергия, связанная с вращением молекулы, как целого – вращательная энергия – также квантуется: $E_j = B_n j(j+1)$, где $B_n = h/4\pi^2 I_n$ – вращательная постоянная, зависящая от момента инерции молекулы I_n в данном электронном состоянии. $j=0,1,2,\dots$ – вращательное квантовое число.

В первом приближении движение электронов, а также вращательное и колебательное движение молекулы можно считать независимыми друг от друга, поэтому полную энергию молекулы можно представить в виде: $E_{nvl} = E_n + E_v + E_j$ причем $|E_n| \gg E_v \gg E_j$.

Типы молекулярных спектров. Молекулярные спектры возникают при переходах между энергетическими уровнями E_{nvl} .

Если при переходе $n=\text{const}$, $v=\text{const}$, а изменяется только вращательное движение, то спектры называются *вращательными*. Такие спектры лежат в микроволновой области. Если при переходе $n=\text{const}$, а изменяются колебательное и вращательное движение, то спектры называются колебательно-вращательными и лежат в инфракрасной области. При переходах с изменением n

возникают спектры, которые называют электронно-колебательными. Такие спектры лежат в видимой и ультрафиолетовой областях.

Спектр поглощения паров йода в видимой области. Спектр относится к электронно-колебательному типу. Этот спектр возникает при переходах, т.е. $(n_1; v_1; j_1) \rightarrow (n_2; v_2; j_2)$ с колебательно-вращательных подуровней основного колебательного состояния на колебательно-вращательные подуровни ближайшего возбужденного состояния. Энергия перехода в различных линиях такого спектра соответствует

$$E_{v_2}^2 - E_{v_1}^1 = (E_2 - E_1) + (E_{v_2} - E_{v_1}) + (E_{j_2} - E_{j_1}). \quad (2)$$

Первое слагаемое для всех линий спектра постоянно – это энергия чисто электронного перехода $E_2 - E_1 = h\nu_{эл}$. Оно существенно больше двух других и электрон в основном определяет спектральное положение линий (видимая область). Второе слагаемое при различных v определяет колебательную структуру спектра. Третье слагаемое определяет тонкую (вращательную) структуру колебательных полос, их расщепление на ряд узких полос. Монохроматор УМ-2 не позволяет разрешить эти линии.

При поглощении больших квантов света энергия колебательного движения возрастает настолько, что химическая связь диссоциирует. Минимальная энергия кванта, достаточная для диссоциации молекулы, определяется энергией химической связи и энергией электронных возбужденных состояний (ЭВС), образующихся осколков молекулы:

$$h\nu = E_{св} - E_{ЭВС} \quad (3).$$

Цель работы: ознакомление с методикой идентификации строения вещества по его ИК спектру.

Приборы и реактивы:

1. Монохроматор УМ-2
2. Инструкция к прибору
3. Кювета с J_2
4. Осветительное устройство ОУ-1
5. Ртутная лампа

Техника безопасности:

1. Ознакомиться с инструкцией к прибору.
2. Проверить заземление прибора
3. Не включать прибор в сеть без преподавателя
4. При работе с ртутной лампой как можно меньше смотреть на источник света.
5. Кнопку «Пуск» при работе с ртутной лампой держать в нажатом состоянии до тех пор, пока лампа не будет давать устойчивое излучение при монотонном звуке.

Экспериментальная установка. Порядок выполнения работы

Для получения спектра поглощения сквозь пары йода пропускают пучок света от лампы накаливания и исследуют прошедший свет с помощью спектрального прибора. Пары, состоящие из молекул J_2 , создаются путем нагревания кристаллического йода в специальной кювете с прозрачными стенками. (Как известно, йод переходит в газообразное состояние, минуя жидкую фазу.)

Описание установки

Изучение спектра производится на монохроматоре УМ-2, спектральный диапазон которого 380-1000 нм. Внешний вид и оптическая схема этого прибора представлены на рис. 1 и 2. Основные

части монохроматора – коллиматор 3 (рис. 1); призмный столик 4 с расположенными на нем призмами 5; выходная труба 6; входная 1 и выходная 8 щели; зрительная труба 7; барабан длин волн 9 и рельс, на котором крепится прибор 10.

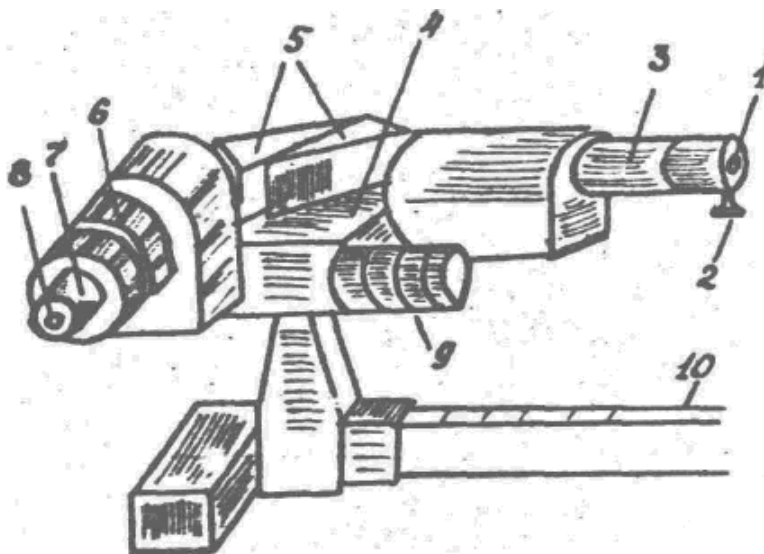


Рис. 1. Внешний вид монохроматора УМ-2.

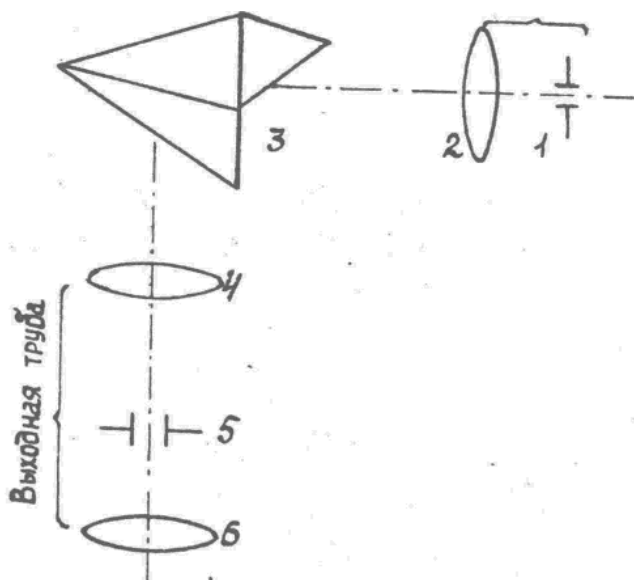


Рис. 2. Оптическая схема монохроматора

Коллиматор. Прибор предназначен для получения параллельного пучка света, падающего на призму. Свет от источника света проходит через входную щель 1 (рис. 2) и падает расходящимся пучком на объектив 2, расположенный на фокусном расстоянии от щели. Из объектива параллельный пучок лучей направляется на призму 3, которая разлагает свет на монохроматические составляющие и одновременно поворачивает световой пучок на 90° .

Выходная труба предназначена для сортировки световых лучей по их цветности, то есть - для получения четкого спектра. Лучи, имеющие определенную длину волны λ_1 , падают на объектив 4 параллельным пучком и собираются объективом в определенном месте фокальной плоскости, лучи другой длины волны λ_2 также параллельны между собой, но падают под несколько другим углом на линзу 4, поэтому собираются в другом месте фокальной плоскости. Таким образом, в фокальной плоскости зрительной трубы получают спектр, который является ничем иным как цветным изображением входной щели. Выходная щель 5 располагается в фокальной плоскости

объектива 4 и поворачивая призмный столик с помощью барабана длин волн 9 (рис. 1), проектирует на входную щель различные спектральные участки.

Спектр может наблюдаться с помощью окуляра 7 (рис. 1) или 6 (рис. 2), либо регистрироваться каким-нибудь регистрирующим устройством. Для установки положения спектральной линии в плоскости выходной щели имеется индекс в виде острия. Индекс наблюдается через окуляр. Вывод спектральной линии на индекс производится с помощью барабана длин волн. Окуляр можно установить по глазу наблюдателя на резкость изображения индекса и спектральной линии, путем вращения.

На барабане длин волн деления нанесены в градусах. При повороте барабана на одно деление (2°), система призм поворачивается на 20° . Чтобы выразить показания шкалы барабана в длинах волн, производят градуировку шкалы барабана. Для этой цели используют в качестве источника света люминесцентную лампу, дающую линейчатый спектр с известным расположением линий. В спектре излучения люминесцентной лампы есть линии ртути, т.к. свечение люминофора возбуждается ультрафиолетовой составляющей излучения электрического разряда в парах ртути. Совмещая линии спектра с выходной щелью монохроматора, берут отсчеты по барабану длин волн. По этим данным строят градуировочный график с помощью программного пакета *Origin*: на оси ординат – деления отсчетного устройства, на оси абсцисс – соответствующие длины волн.

Порядок выполнения работы

Градуировка монохроматора.

1. Осмотрите монохроматор, проверьте соответствие комплекта установки рисунку на планшете, который прилагается к прибору. Прочтите имеющиеся на приборах информационные таблички. Пользуясь рисунком на планшете, уясните назначение узлов и ручек управления монохроматором. Рассмотрите блок питания, ртутную лампу и лампу накаливания.

2. Изучите шкалу отсчетного барабана. Деления на барабане нанесены в градусных единицах ($2/дел$).

Цель работы: градуировка любого измерительного прибора – это установление однозначного соответствия между значениями наблюдаемой физической величины и показаниями прибора. В частности, при градуировке монохроматора, необходимо установить зависимость между длинами волн линий, наблюдаемых в хорошо изученных (эталонных) спектрах и показаниями барабана $\lambda = f(\text{дел})$. Эта зависимость должна быть отображена в виде градуировочного графика. В дальнейшем градуировочный график может быть использован для определения длин волн в неизвестных спектрах.

3. Ртутную лампу устанавливают на рельс монохроматора на расстоянии 453 мм от входной щели и включают в сеть (220 В). Питание лампы осуществляется от специального блока.

Внимание! Ртутная лампа наряду с видимым светом излучает ультрафиолет, вредный для глаз. Во избежание ожогов сетчатки глаза, лампа помещена в непрозрачный футляр с окошком, направленным в сторону щели монохроматора.

4. Конденсор устанавливают на расстоянии 130 мм от источника света.

При правильном расположении источника света и конденсатора все линии спектра должны быть ровно и ярко освещены.

5. Последовательно совмещают все линии ртути от красной до фиолетовой с индексом окуляра, делая при каждом совмещении отсчеты по барабану длин волн. Точные значения длин волн для ртути (см. рис. 3) берут из табл. 1. Продолжайте градуировку. Отождествите наиболее характерные линии. За основу следует брать наиболее яркие линии (№ 1,4,8,9,11,21).



Рис. 3. Длины волн спектральных линий ртути

В табл. 1 указаны номер, цвет, длины волн для всех линий в спектре ртути в диапазоне видимого света от 400 нм до 710 нм.

Таблица 1. Характеристика спектра ртути в видимом диапазоне

№ n/n	Цвет линии	λ , нм	№ n/n	Цвет линии	λ , нм
1	Красная	708,19	12	Зеленая	529,01
2	- " -	690,72	13	Голубая	510,24
3	- " -	671,62	14	- " -	502,56
4	Оранжевая	623,44	15	- " -	491,60
5	- " -	612,33	16	Синяя	435,84
6	- " -	607,26	17	- " -	434,75
7	Желтая	589,02	18	- " -	433,92
8	- " -	579,07	19	Фиолетовая	410,81
9	- " -	576,96	20	- " -	407,78
10	Зеленая	567,59	21	- " -	404,66
11	- " -	546,07	22	- " -	390,64

Данные работы заносят в таблицу в тетради.

1. По данным таблицы строят градуировочный график с помощью программного пакета Origin.

2. Ртутную лампу заменяют на лампу накаливания. Устанавливают кювету с йодом, нагретую в сушильном шкафу. Степень нагрева подбирается опытным путем так, чтобы полосатые спектры поглощения йода были отчетливо видны, в особенности, при переходе в континуум.

Вращая барабан, найти такое деление барабана, при котором начинается сплошная граница.

Вращая барабан, найти такое деление барабана, при котором начинается сплошная граница континуума.

3. Рассчитайте значение энергии диссоциации молекулы йода, учитывая, что при диссоциации молекулы йода образуется один атом невозбужденный и один – возбужденный, на возбуждение которого расходуется энергия $4,77 \cdot 10^4$ Дж/моль.

1. На какие типы подразделяются молекулярные спектры? Почему УФ спектры называют электронно-колебательными?
2. Какие закономерности наблюдаются в спектре йода?
3. Опишите назначение и устройство монохроматора. Каков ход лучей в этом приборе?
4. Приведите математическое выражение для энергии колебательного движения атомов в молекуле.
5. При каких значениях энергии поглощаемого кванта электромагнитного излучения молекула может диссоциировать?

Коллоквиум №2

6. 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 адсорбции.

7. ИНТЕРФЕРЕНЦИОННО-ДИФРАКЦИОННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ (РЕНТГЕНОГРАФИЯ, ЭЛЕКТРОНОГРАФИЯ И НЕЙТРОНОГРАФИЯ)

Открытие рентгеновских лучей. Теоретические основы рентгеноструктурного анализа. Геометрия дифракции. Уравнение Вульфа-Брегга. Большой и малый периоды. Методы Лауэ и Дебая-Шерера. Структурные задачи, решаемые методами большеугловой и малоугловой рентгеновской дифракции. Методы электронографии и нейтронографии. Их сходство и различие с методом рентгенографии.

8. ВИЗУАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ (ОПТИЧЕСКАЯ, ЭЛЕКТРОННАЯ И АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ).

Создание первого оптического микроскопа А. Левенгуком. Понятия разрешающая способность и числовая апертура объектива. Возможности оптической микроскопии. Просвечивающая и сканирующая электронная микроскопия. Теоретические основы и принцип работы электронного микроскопа. Возможности метода электронной микроскопии. Атомно-силовая и сканирующая туннельная микроскопии.

9. МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ ТЕРМИЧЕСКИХ, ОПТИЧЕСКИХ, РЕОЛОГИЧЕСКИХ И ДРУГИХ СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВА

Основы методов термографии: ДТА, ДСК, ТГА и дилатометрия. Термические свойства вещества. Оптические световоды и их светопропускание. Причины светопотерь в световоде. Законы течения (реологии) жидкости и вискозиметрические методы. Электрические, диффузионные, сорбционные и другие свойства материала. Методы их изучения.

Самостоятельная работа + Контроль самостоятельной работы

по дисциплине «ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ»

В ходе самостоятельной работы студенты проводят литературный поиск по заданной тематике, анализируют литературу (статьи и патенты) и представляют результаты в виде презентации (выступление на занятии 5-10 минут). Патентный поиск осуществляется на сайте ФИПС (www1.fips.ru). Предварительно, в течение одного занятия (2 часа) преподаватель обучает студентов работе с данным сайтом. Поиск и анализ статей осуществляется в базах данных YANDEX и GOOGLE. Осуществляется работа с русскими и английскими статьями и патентами.

Шкала оценивания выполнения индикаторов:

Индикатор считается выполненным, если либо во время текущей, аттестации студент набрал как минимум пороговое количество баллов за те виды активности, которые отвечают за данный индикатор.

№	Индикатор	Текущая аттестация		Зачет/Экзамен	
		Порог	Максимум	Порог	Максимум
1	ПК-1.1 ПК-1.2 ПК-1.3 ПК-2.1 ПК-2.2	20	60	20	40

Шкала и критерии выставления оценок за дисциплину:

Шкала и критерии выставления оценок «отлично», «хорошо», «удовлетворительно» и «неудовлетворительно» описаны в локальной нормативной документации Тверского государственного университета (Положение о рейтинговой системе обучения студентов ТвГУ). Положительная оценка может быть выставлена только в том случае, если выполнены все индикаторы.

Оценочные материалы (фонд оценочных средств)

для проведения диагностической работы в рамках

аккредитационных показателей по образовательным программам

высшего образования

04.03.01, Химия, Перспективные материалы: синтез и анализ

ОПК-3: Способен применять расчетно-теоретические методы для изучения свойств веществ и процессов с их участием с использованием современной вычислительной техники

(код, наименование компетенции)

Номер задания	Правильный ответ (ключ)	Содержание вопроса/задания	Критерии оценивания заданий
Задания закрытого типа			

1	А	<p>Кто и когда открыл ИК излучение?</p> <p>А) М.В. Ломоносов в 1740 г.</p> <p>Б) У. Гершель в 1800 г.</p>	1 балл за правильный ответ
2	В	<p>Какие диапазоны электромагнитного спектра отвечают методам оптической спектроскопии?</p> <p>А) микроволновое и радиоволновое излучение,</p> <p>Б) гамма-лучи и рентгеновское излучение,</p> <p>В) УФ, видимое и ИК излучение</p>	1 балл за правильный ответ
3	А, Г	<p>Под воздействием какого излучения происходит изменения в энергетическом состоянии молекулы:</p> <p>А) у-лучи,</p> <p>Б) ИК излучение,</p> <p>В) Радиоволны,</p> <p>Г) X-лучи</p>	1 балл за правильный ответ
4	Б	<p>Под воздействием какого излучения происходят колебания атомов в молекуле?</p> <p>А) УФ лучи и видимое излучение,</p> <p>Б) ИК излучение,</p>	1 балл за правильный ответ

		В) Радиоволны, Г) X-лучи	
5	А	Средняя ИК область соответствует диапазону: А) от 4000 до 400 см ⁻¹ , Б) от 1,5 до 20 мкм, В) от 2500 до 25000 нм	1 балл за правильный ответ
6	В	Чем поглощательная спектроскопия отличается от эмиссионной спектроскопии? А) одно и то же, Б) эмиссионная спектроскопия — это упругое рассеяние падающего света, В) при эмиссионной спектроскопии происходит испускание энергии веществом, в отличие от поглощательной спектроскопии.	1 балл за правильный ответ
7	А	В какой области УФ спектра наблюдаются переходы $n \rightarrow \pi^*$: А) в ближней УФ и видимой областях спектра Б) в дальней УФ области В) в области вакуумного УФ	1 балл за правильный ответ
8	А	В ИК спектрах поглощения проявляются (активны) колебания, которые сопровождаются: А) изменением дипольного момента молекулы Б) изменением поляризации молекулы	1 балл за правильный ответ
9	А	Что такое характеристические ИК полосы поглощения? А) ИК полосы, отвечающие определенным колеблющимся химическим группам и, независимо от различных исследуемых веществ, лежащие на определенных частотах. Б) характеризуют валентную связь, В) присутствуют в блочных полимерах,	1 балл за правильный ответ

		Г) связаны с определенной конформацией молекулярной цепи	
10	В	<p>На каком законе основан количественный ИК спектральный анализ?</p> <p>А) на законе полного внутреннего отражения света, Б) на рассеянии света по закону Рэлея В) на законе Бугера-Ламберта-Бера.</p>	1 балл за правильный ответ
<i>Задания открытого типа</i>			
1		Какие электромагнитные излучения по силе воздействия больше гамма- или рентген-лучи?	3 балла
		<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>По силе воздействия на молекулу больше гамма-излучение, т.к. у него больше длина волны (10^{-11}-10^{-8} см), и при этом происходят изменения в энергетическом состоянии ядер.</p>	3 балла
2		Кто заложил настоящие основы метода ИК спектроскопии?	3 балла
		<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Уильям Кобленц в начале XX века зарегистрировал ИК спектры поглощения сотен органических и неорганических веществ, жидкостей и газов, с такой точностью и полнотой, что многие из его спектров, полученных с помощью призмы NaCl, остаются полезными и сейчас.</p>	3 балла
3		Что такое комбинационное рассеяние света?	3 балла
		<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Комбинационное (Рамановское или Мандельштамовское) рассеяние света – это неупругий процесс, в котором свет обменивается энергией с образцом и в результате этого изменяет частоту.</p>	3 балла
4		Что собой представляет Закон Гука?	3 балла
		<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Согласно закону Гука колебание вдоль связи, соединяющей два атома, происходит с частотой $\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{f}{m}}$, где m – приведенная масса, а f –</p>	3 балла

	силовая постоянная связи. Это уравнение характерно для гармонического осциллятора и может быть использовано для грубой оценки частот колебаний многоатомной молекулы.	
5	Что такое термодинамическая гибкость?	3 балла
	<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Термодинамическая гибкость определяется степенью свернутости цепи, поэтому для ее описания используют сегмент Куна А (термодинамический сегмент).</p>	3 балла
6	В какой области ИК-излучения проявляются колебания С=О групп?	3 балла
	<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Благодаря высокой интенсивности валентных колебаний С=О карбонильные группы могут быть легко обнаружены в ИК спектре в области 1600-1900 см⁻¹.</p>	3 балла
7	Как, кем и когда впервые был применен метод хроматографии?	3 балла
	<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Метод хроматографии впервые был применен русским ученым – ботаником Михаилом Семеновичем Цветом в 1900 г. Он использовал колонку, заполненную карбонатом кальция, для разделения пигментов растительного происхождения.</p>	3 балла
8	Приведите классификацию хроматографических методов.	3 балла
	<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>В основу общепринятых классификаций многочисленных хроматографических методов положены следующие признаки: агрегатное состояние подвижной и неподвижной фаз, механизм взаимодействия сорбент-сорбат, форма слоя сорбента (техника выполнения), цель хроматографирования.</p>	3 балла
9	Напишите различия между флуоресценцией и фосфоресценцией.	3 балла
	<p>Правильный ответ (ключ):</p>	3 балла

<p>Флуоресценция – свечение, заканчивающееся практически мгновенно после окончания возбуждения.</p> <p>Фосфоресценция – свечение, длящееся значительное время после окончания возбуждения.</p>		
10	Если необходимо измерить молекулярную подвижность в исследуемом образце, какой метод следует применить?	3 балла
<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Следует применить метод ИК спектроскопии в дальней области, т.к. поглощение в дальней области ($10\text{-}200\text{ см}^{-1}$) весьма чувствительно к общим изменениям молекулярной структуры (тактичности, конформации, молекулярной подвижности).</p>		3 балла

ОПК-4: Способен планировать работы химической направленности, обрабатывать и интерпретировать полученные результаты с использованием теоретических знаний и практических навыков решения математических и физических задач

(код, наименование компетенции)

Номер задания	Правильный ответ (ключ)	Содержание вопроса/задания	Критерии оценивания заданий
<i>Задания закрытого типа</i>			
1	А	<p>Какие конкретные задачи решает ИК спектральный анализ полимеров?</p> <p>А) аналитические, структурные, химические и технологические,</p> <p>Б) визуализация изображения</p> <p>В) изучение механических, реологических и др. свойств полимеров</p>	1 балл за правильный ответ
2	Б	<p>Каковы виды упругого рассеяния света?</p> <p>А) комбинационное и бриллюэновское.</p> <p>Б) релеевское, дифракционное и рассеяние Ми</p>	1 балл за правильный ответ
3	Б	<p>Какие колебания проявляются в КР спектрах?</p> <p>А) антисимметричные</p>	1 балл за правильный ответ

		Б) симметричные	
4	А	<p>Расшифруйте название спектроскопии НПВО:</p> <p>А) нарушенное полное внутренне отражение</p> <p>Б) нарушенное полное внешнее отражение</p> <p>В) неполное внутреннее отражение</p>	1 балл за правильный ответ
5	А	<p>Метод, фиксирующий переходы между энергетическими уровнями магнитных ядер во внешнем магнитном поле:</p> <p>А) ЯМР</p> <p>Б) ЭПР</p> <p>В) ПМР</p>	1 балл за правильный ответ
6	Г	<p>Химический сдвиг сигнала ЯМР — это:</p> <p>А) Разность между резонансными частотами определенного сигнала и сигнала стандарта</p> <p>Б) Расстояние между компонентами мультиплета, отнесенное к величине рабочей частоте прибора (мГц)</p> <p>В) Расстояние между компонентами мультиплета, умноженное на величину рабочей частоты прибора (мГц)</p> <p>Г) Изменение резонансной линии поглощения в зависимости от степени электронного экранирования ядра от внешнего магнитного поля</p>	1 балл за правильный ответ
7	А,Б,В	<p>При интерпретации спектров ЯМР важную роль играют такие характеристики, как:</p> <p>А) положение (химический сдвиг),</p> <p>Б) интенсивность,</p> <p>В) расщепление и ширина линии,</p> <p>Г) интегральная площадь линии</p>	1 балл за правильный ответ

8	А,Б	<p>В полимерной химии метод ЭПР используется для изучения:</p> <p>А) свободных радикалов, образующихся в процессах полимеризации</p> <p>Б) деструкции полимеров, окисления полимеров и расщепления полимерных молекул при механодеструкции</p> <p>В) конформационного состава полимеров</p>	1 балл за правильный ответ
9	В	<p>Метод МС основан на:</p> <p>А) анализе поглощение электромагнитных колебаний,</p> <p>Б) анализе рассеяния электромагнитных колебаний</p> <p>В) разрушении органической молекулы под действием <i>электронного удара</i> и регистрации образующихся осколков</p>	1 балл за правильный ответ
10	А	<p>В основе ГЖХ лежит:</p> <p>А) Различия коэффициентов распределения разделяемых веществ между неподвижной, жидкой и подвижной газовой фазами;</p> <p>Б) Распределение смеси веществ на колонке с сорбентом по отдельным зонам в результате повторения актов сорбции и десорбции при пропускании через колонку газа-носителя;</p> <p>В) Сорбция газа-носителя на твёрдом сорбенте колонки;</p> <p>Г) обратимая хемосорбция ионов анализируемого раствора</p> <p>Д) Измерение поглощения электромагнитного излучения</p>	1 балл за правильный ответ
Задания открытого типа			

1	При каком электромагнитном излучении происходит изменение в энергетическом состоянии спинов ядер и электронов?	3 балла
Правильный ответ (ключ): Данные процессы в молекуле происходят при радиоволновом излучении при длине волны $\geq 100 \text{ см}^{-1}$. Это спектроскопия ЯМР и ЭПР		3 балла
2	Из чего состоит полная энергия молекулы? Запишите формулу.	3 балла
Правильный ответ (ключ): Полная энергия молекулы (E) состоит из вкладов электронной ($E_{\text{эл}}$), колебательной ($E_{\text{кол}}$) и вращательной ($E_{\text{вращ}}$) энергий: $E = E_{\text{эл}} + E_{\text{кол}} + E_{\text{вращ}}$		3 балла
3	Какие спектры лежат в области длин волн равной $120 - 10^3 \text{ нм}$?	3 балла
Правильный ответ (ключ): В области $120 - 10^3 \text{ нм}$ лежат электронные спектры ультрафиолетовой, видимой и ближней ИК спектроскопии.		3 балла
4	Что происходит в молекуле при энергии переходов, составляющей более 40 кДж/моль?	3 балла
Правильный ответ (ключ): При поглощении такой энергии происходит одновременно изменение в колебательных и вращательных состояниях в молекуле.		3 балла
5	Для каких целей применяется эмиссионная спектроскопия?	3 балла
Правильный ответ (ключ): Область применения эмиссионной спектроскопии для характеристики веществ включает изучение молекулярной подвижности в растворах, изучение естественной флуоресценции, изучение примесей в промышленных образцах, исследование фотодеструкции и фотостабилизации полимеров, изучение процессов сенсibilизации (сенсibilизированной полимеризации, фотодеструкции, фотоотторжения).		3 балла
6	Что такое хромофоры и простейшие хромофоры?	3 балла
Правильный ответ (ключ):		

	Хромофоры – это группы атомов, ответственные за избирательное поглощение. Простейшие хромофоры – группы атомов с изолированными кратными связями C=C, C≡C, C=O и т.д.	3 балла
7	Что такое ауксохромы? Приведите примеры.	3 балла
	<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Положение полос поглощения хромофоров и их интенсивность может значительно изменяться в зависимости от групп атомов, присоединенных к молекуле, содержащей хромофор, и не имеющей собственного поглощения. Такие группы называются ауксохромы. Типичными ауксохромами являются OH, OCH₃, NH₂, NCH₃ и т.д.</p>	3 балла
8	На чем основан количественный ИК спектральный анализ?	3 балла
	<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Количественный ИК спектральный анализ основан на применении закона Бугера-Ламберта-Бера: $D=kc\ell$ и на исследовании единичной полосы поглощения по трем параметрам (макс. Оптическая плотность, макс. Длина волны и полуширина пика).</p>	3 балла
9	С чем связано bathochromное смещение для полициклических ароматических соединений?	3 балла
	<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Большое bathochromное смещение наблюдается для полициклических ароматических соединений при увеличении числа конденсированных бензольных колец. Если бензол поглощает при 255 нм и является бесцветным, то нафтацен – при 480 нм и имеет желтую окраску, а пентацен – при 580 нм и окрашен в голубой цвет.</p>	3 балла
10	Назовите классификацию колебаний атомов в молекуле при ИК излучении.	3 балла
	<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Колебания атомов в молекуле делятся на два типа: валентные (которые, в свою очередь, делятся на: симметричные и ассиметричные) и деформационные (которые, в свою очередь, делятся на: ножничные, маятниковые, веерные и торсионные).</p>	3 балла

ОПК-5: Способен использовать существующие программные продукты и информационные базы данных для решения задач профессиональной деятельности с учетом основных требований информационной безопасности

(код, наименование компетенции)

Номер задания	Правильный ответ (ключ)	Содержание вопроса/задания	Критерии оценивания заданий
<i>Задания закрытого типа</i>			
1	А,В,Г	В качестве газа-носителя используют: А) Водород, Б) Кислород, В) Гелий; Г) азот, Д) Озон.	1 балл за правильный ответ
2	А,Б	Параметром хроматограммы, характеризующим количество анализируемого компонента, является: А) Площадь пика; Б) Высота пика; В) Произведение высоты пика на время удерживания; Г) Ширина полупика.	1 балл за правильный ответ
3	А,Б	В основе метода ВЭЖХ лежит: А) Различие распределения компонентов между двумя фазами при прохождении одной из них в колонке под давлением. Б) Различия адсорбции компонентов смеси на твёрдом сорбенте. В) Различие распределения компонентов смеси между потоком газа- носителя и твёрдым сорбентом в колонке	1 балл за правильный ответ
4	А, Б, В, Г, Д	В качестве сорбента используют: А) Тонкоизмельченный	1 балл за правильный ответ

		<p>немодифицированный силикагель;</p> <p>Б) Тонкоизмельченный химически модифицированный силикагель;</p> <p>В) Активированный уголь;</p> <p>Г) Оксид алюминия;</p> <p>Д) Катионит.</p>	
5	А,Б	<p>Идентификацию веществ методом ВЭЖХ проводят:</p> <p>А) по времени удерживания,</p> <p>Б) По УФ-спектрам;</p> <p>В) По площади пика.</p>	1 балл за правильный ответ
6	Б	<p>Какова длина волны рентгеновского излучения?</p> <p>А) $10^{-2} - 10^{-3}$ м;</p> <p>Б) 0,1 – 10 нм;</p> <p>В) $10^{-6} - 10^{-4}$ см;</p> <p>Г) 0,01 - 0,1 нм.</p>	1 балл за правильный ответ
7	Г	<p>Что обозначает n в формуле Вольфа-Брегга $2d \sin\Theta = n\lambda$?</p> <p>А) межплоскостное расстояние;</p> <p>Б) плотность вещества;</p> <p>В) длина волны;</p> <p>Г) порядок отражения</p>	1 балл за правильный ответ
8	Б	<p>Какой из методов рентгеноструктурного анализа выполняется для исследования порошков?</p> <p>А) метод Лауэ,</p> <p>Б) метод Дебая-Шерера,</p> <p>В) метод Брегга</p>	1 балл за правильный ответ
9	Б	<p>Для химического анализа, выделяющихся в процессе термического анализа газов, целесообразно термический анализатор совместить с:</p> <p>А) масс-спектрометром;</p>	1 балл за правильный ответ

		Б) газовым хроматографом; В) ИК-Фурье спектрометром	
10	Б	Какой из представленных методов формально нельзя назвать физическим методом исследования? А) ТГА, Б) ВЭЖХ, В) ЯМР, Г) Масс-спектрометрия	1 балл за правильный ответ
Задания открытого типа			
1		Что такое качественный ИК спектральный анализ?	3 балла
		Правильный ответ (ключ): Качественный ИК спектральный анализ – это метод идентификации неизвестного исследуемого вещества в сухом виде с помощью определения характеристических полос поглощения.	3 балла
2		На чем основан метод Масс-спектрометрии?	3 балла
		Правильный ответ (ключ): Метод МС – основан на разрушении органической молекулы под действием электронного удара и регистрации образующихся осколков.	3 балла
3		Что такое батохромный эффект?	3 балла
		Правильный ответ (ключ): Под влиянием ауксохрома происходит сдвиг полос в сторону больших длин волн. Это и называется батохромный эффект в УФ спектроскопии.	3 балла
4		Какова величина разрешающей способности просвечивающего электронного микроскопа?	3 балла
		Правильный ответ (ключ): Пространственное разрешение современного просвечивающего электронного микроскопа достигает 0,1 нм (1 Å) при ускоряющем напряжении 50 – 600 кВ.	3 балла
5		Что такое характеристические полосы поглощения? Приведите примеры.	3 балла

Правильный ответ (ключ):		
<p>Характеристические полосы поглощения – полосы, отвечающие строго определенной функциональной группе атомов, тем самым определяющей наличие/или отсутствие данной группы в образце. Например, ОН-группа проявляется в области валентных колебаний 3600-3500 см⁻¹.</p>		3 балла
6	На чем основан метод динамического светорассеяния?	3 балла
Правильный ответ (ключ):		
<p>Метод ДСР основан на том, что Броуновское движение дисперсных частиц или макромолекул в жидкости приводит к флуктуациям локальной концентрации частиц. Результатом этого являются локальные неоднородности показателя преломления и соответственно – флуктуации интенсивности рассеянного света при прохождении лазерного луча через такую среду.</p>		3 балла
7	Что такое кантилевер?	3 балла
Правильный ответ (ключ):		
<p>Кантилевер – это небольшая миниатюрная платформа, на свободном конце которой расположен тончайший зонд (острая игла), с помощью которой сканирует поверхность образца атомно-силовой микроскоп.</p>		3 балла
8	Что можно отнести к парамагнитным частицам?	3 балла
Правильный ответ (ключ):		
<p>К парамагнитным частицам относятся некоторые атомы, свободные радикалы, ион-радикалы, молекулы в триплетном состоянии и т.д. Обычно органические соединения не являются парамагнитными веществами. Только разрыв ковалентных связей приводит к появлению парамагнетизма.</p>		3 балла
9	Напишите распределение Больцмана. В каких случаях его применяют?	3 балла
Правильный ответ (ключ):		
<p>В отсутствии переменного поля число частиц на уровнях будет определяться распределением Больцмана:</p> $\frac{N_2}{N_1} = \exp\left(-\frac{\Delta E}{R \cdot T}\right),$ <p>где N₁ – число частиц на нижнем уровне E₁, N₂ – на верхнем уровне E₂. Поглощение переменного магнитного поля,</p>		3 балла

индуцирующего переходы, будет происходить до тех пор, пока населенность уровней не станет одинаковой.		
10	Объясните, что такое степень упорядоченности образца?	3 балла
<p>Правильный ответ (ключ):</p> <p>Определение степени упорядоченности полимеров представляет специальную область количественного спектрального анализа. Один из способов определения степени упорядоченности состоит в калибровке спектроскопических данных по результатам изучения этой же характеристики другим независимым методом. Обычно для этой цели используют данные о плотности образца. Между степенью упорядоченности χ и удельным объемом v образца существует зависимость: $\chi = \frac{(v_2 - v)}{(v_2 - v_1)} \cdot 100\%$</p>		3 балла