

# Государственный экзамен для аспирантов ИНЭОС РАН

## Методы эксперимента в химии

### по направлению подготовки 04.06.01 «Химические науки»

20 июня 2018 г.

**ВОПРОСЫ** для специальности «Органическая химия» 02.00.03 и «Химия элементоорганических соединений» 02.00.08.

1. Планирование и подготовка химического эксперимента.
2. Ведение лабораторного журнала. (не нужно)
3. Стандартные посуда и оборудование для проведения химических реакций.
4. Общие подходы к разделению компонентов реакционных смесей. Химические и физические принципы, на которых они базируются, и факторы, принимаемые во внимание.
5. Базовые методы выделения и очистки органических соединений (хроматография, экстракция, перегонка, перекристаллизация, высаживание/переосаждение, возгонка, перегонка с паром). Преимущества, недостатки и ограничения этих методов.
6. Хроматография. Подвижные и неподвижные фазы. Классификация в зависимости от применяемых фаз. Обращенные фазы. Методы детектирования (визуализации).
7. Хроматография аналитическая и препаративная. Адсорбенты для хроматографии и их характеристики, способы подготовки. Активность адсорбента и ее определение. Растворители и требования к ним. Методы визуализации. Величина  $R_f$  и факторы, влияющие на нее.
8. Тонкослойная аналитическая и препаративная хроматография. Основные операции. Готовые пластины и их характеристики. Активность адсорбента. Подбор растворителя. Величина  $R_f$  и факторы, влияющие на нее. Методы визуализации.
9. Колоночная хроматография. Основные операции. Выбор колонки. Способы заполнения колонки. Способы нанесения образца. Подбор растворителя. Нежелательные процессы и явления при хроматографировании. Методы визуализации.
10. Перекристаллизация, переосаждение. Химические и физические принципы, лежащие в основе методов. Выбор растворителей. Основные операции. Влияние противоиона на способность органических веществ к кристаллизации.
11. Экстракция. Химические и физические принципы, лежащие в основе метода. Выбор растворителей. Основные операции.
12. Перегонка и дистилляция. Факторы, влияющие на эффективность разделения.

13. Перегонка при атмосферном давлении и перегонка в вакууме. Физические принципы, лежащие в основе методов. Аппаратура.
14. Основные приемы работы с веществами, чувствительными к гидролизу и окислению.
15. Колоночная хроматография нестабильных на воздухе веществ. Пути решения проблемы окисления органических веществ на носителе.
16. Абсолютирование растворителей. Обнаружение и удаление перекисей.
17. Стандартные растворы для мытья стеклянной посуды.
18. Приготовление образцов для регистрации спектров ЯМР, ИК, УФ.
19. Определение температуры кипения и температуры плавления вещества. Температура плавления смешанной пробы. Скорректированная и нескорректированная температуры плавления.
20. Особенности работы при пониженном давлении. Аппаратура, используемая для работы в вакууме. Меры безопасности.
21. Приемы работы и меры предосторожности при работе с едкими и ядовитыми веществами (концентрированные кислоты и щелочи, бром, щелочные металлы, ртуть).
22. Правила работы с легковоспламеняющимися и горючими жидкостями.
23. Высушивание жидких и твердых органических веществ и органических растворов. Требования к осушителям. Наиболее распространённые осушители. Выбор осушителя.
24. Перегонка с паром: область применения, физические и химические принципы, лежащие в основе метода, аппаратура для перегонки с паром.
25. Возгонка: область применения, физические принципы, лежащие в основе метода, аппаратура для осуществления возгонки.
26. Средства защиты экспериментатора. Меры первой помощи при повреждении глаз, ожогах (в т.ч. кислотами и щелочами), кровотечениях и отравлениях.
27. Методы обнаружения и удаления перекисей.
28. Очистка, хранение и осушка (абсолютирование) основных органических растворителей.
29. Ионообменная хроматография и ее использование для разделения органических веществ. Катиониты и аниониты, различия подвижных фаз.

#### **Список основных органических растворителей:**

Ацетон

Ацетонитрил

Бензол

Гексан/петролейный эфир	Диметилсульфоксид	Диметилформаид
Дихлорметан	Диэтиловый эфир	Метанол
Нитрометан	Тетрагидрофуран	Четыреххлористый углерод
Толуол	Уксусная кислота	Хлороформ
Этанол	Этилацетат	Диоксан

## ЛИТЕРАТУРА

1. А.Е. Агрономов, Ю.С. Шабаров. Лабораторные работы в органическом практикуме. Изд. 2-е, пер. и доп. М., «Химия», 1974, 376с.
2. А. Гордон, Р. Форд. Спутник химика. Физико-химические свойства, методики, библиография. Пер. с англ. Е.Л. Розенберг, С.И. Коппель. М., «Мир», 1976, 541 с.
3. Титце Л., Айхер Т. «Препаративная органическая химия». М., «Мир», 1999, 704 с.
4. Органикум (I). Практикум по органической химии / Перевод В.М. Потапова, С.В. Пономарева, М.: Мир, 1979, Т. 1, Т. 2, 455 с.
5. Х. Беккер, Г. Домшке, Э. Фангхенель и др. Органикум – том 1. Пер. с нем. Е.В. Ивойловой – Москва: Мир, 1992. – 487 с.
6. Х. Беккер, Г. Домшке, Э. Фангхенель и др. Органикум – том 2. Пер. с нем. Е.В. Ивойловой – Москва: Мир, 1992. – 472 с.
7. Теренин В.И. и др. Практикум по органической химии. Под. Ред. Зефирова Н.С – Москва: Бином, 2010. – 568 с.
8. Общие методы работы в лаборатории органической химии. Методические указания / Сост.: А.Е. Щекотихин, Б.Е. Жигачев, Б.Н. Шкилькова. М.: РХТУ им. Д. И. Менделеева. 2003. 124 с.
9. А.А. Загидуллин, И.А. Безкишко. Методы работы и синтез химических веществ в инертной атмосфере с использованием линии Шленка. Методическое пособие. Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт органической и физической химии имени А.Е. Арбузова Казанского научного центра Российской академии наук, Казань 2013.
10. И. Э. Нифантьев. П.В. Ивченко. Практический курс спектроскопии ядерного магнитного резонанса. Методическая разработка. Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова. Москва 2006.

**ВОПРОСЫ** для специальности «Высокомолекулярные соединения» 02.00.06.

1. Правила ведения лабораторного журнала.

2. Средства защиты экспериментатора. Меры первой помощи при повреждении глаз, ожогах (в т.ч. кислотами и щелочами), кровотечениях и отравлениях.
3. Приемы работы и меры предосторожности при работе с едкими и ядовитыми веществами (концентрированные кислоты и щелочи, бром, щелочные металлы, ртуть).
4. Правила работы с легковоспламеняющимися и горючими жидкостями.
5. Методы определения строения и чистоты мономеров для полимеров конденсационного типа.
6. Метод дифференциальной сканирующей калориметрии. Определение температуры стеклования, кристаллизации и плавления полимеров.
7. Метод термомеханического анализа. Определение температуры стеклования, температуры начала вязкого течения полимеров.
8. Методы оценки теплостойкости полимеров (теплостойкость по Вика, Мартенсу).
9. Термогравиметрический метод анализа и его использование для определения термостойкости полимеров.
10. Метод динамометрии. Виды кривых деформирования (растяжения, сжатия) термопластичных полимеров и определение основных механических характеристик полимерного образца.
11. Оценка молекулярной массы полимеров методом капиллярной вискозиметрии.
12. Применение метода гель-проникающей хроматографии для определения молекулярной массы и молекулярно-массового распределения полимера.
13. Использование метода вискозиметрии для определения молекулярной массы нерастворимых полимеров.
14. Выделение и очистка полимеров.

## **ЛИТЕРАТУРА**

1. Браун Д., Шердрон Г., Керн В. Практическое руководство по синтезу и исследованию свойств полимеров. М.: Химия, 1976.
2. Кулезнев В. Н., Шершнева В. А. Химия и физика полимеров. М.: Колос, 2007.
3. Рабек Я. Экспериментальные методы в химии полимеров. М.: Мир, 1983.
4. Тагер А.А. Физико-химия полимеров. М.: Научный мир, 2007.
5. Анализ полимеризационных пластмасс. Г.С. Попова, В.П. Будтов, В.М. Рябикова, Г.В. Худобина. Л.: Химия, 1988.

**ВОПРОСЫ** для специальности «Физическая химия» 02.00.04.

1. Теорема Хоенберга-Кона. Теория функционала энергии от электронной плотности. Наиболее часто используемые в литературе методы DFT.  
Цирельсон, В. Г. Квантовая химия. Молекулы, молекулярные системы и твердые тела / В. Г. Цирельсон — М.: Бином, 2010. — 496 с.— ISBN 978-5-9963-0080-8; Изд-е 2-е, испр. 2014 — ISBN 978-5-9963-1668-7.
2. Применение DFT для моделирования ИК-спектров. Точность расчета полос поглощения колебательных и вращательно-колебательных спектров. Методы корректировки.  
Цирельсон, В. Г. Квантовая химия. Молекулы, молекулярные системы и твердые тела / В. Г. Цирельсон — М.: Бином, 2010. — 496 с. — ISBN 978-5-9963-0080-8; Изд-е 2-е, испр. 2014 — ISBN 978-5-9963-1668-7.
3. Основные методы расчета электронно-возбужденных состояний молекул. Применение этих методов для интерпретации ультрафиолетовых спектров. Вибронные взаимодействия и их влияние на УФ спектры.  
Ермаков, А. И. Квантовая механика и квантовая химия в 2 ч. — М.: Издательство Юрайт, 2018. — 183 с. — (Серия: Бакалавр. Академический курс). — ISBN 978-5-534-00127-3.
4. Основные методы расчета поверхности потенциальной энергии (ППЭ) газовых химических реакций. Установление экстремальных точек на ППЭ. Примеры простейших газовых реакций. Понятия об энергиях активации, константах скорости, лимитирующих стадиях сложных реакций. Критерии установления из расчетов переходных состояний химических реакций.  
Ермаков, А. И. Квантовая механика и квантовая химия в 2 ч. — М.: Издательство Юрайт, 2018. — 183 с. — (Серия: Бакалавр. Академический курс). — ISBN 978-5-534-00127-3.

5. Влияние электронно-возбужденных состояний (ЭВС) химических систем на строение и физико-химические свойства молекул (эффекты типа Яна-Теллера и Реннера-Теллера). Роль ЭВС в химических превращениях. Неадиабатическая теория химических реакций. Критерии их протекания.

Степанов, Н. Ф. Квантовая механика и квантовая химия в 2 ч. Часть 1: учебник и практикум для академического бакалавриата / Н. Ф. Степанов. — 2-е изд., испр. и доп. — М.: Издательство Юрайт, 2018. — 233 с. — (Серия: Бакалавр. Академический курс). — ISBN 978-5-9916-9385-1.

Цирельсон, В. Г. Квантовая химия. Молекулы, молекулярные системы и твердые тела / В. Г. Цирельсон — М.: Бином, 2010. — 496 с. — ISBN 978-5-9963-0080-8; Изд-е 2-е, испр. 2014 — ISBN 978-5-9963-1668-7.

6. Движение атомов в химических процессах. Конформационные переходы. Типы стационарных точек на ППЭ. Способы учёта конформационной подвижности молекулярных систем.

Ермаков, А. И. Квантовая механика и квантовая химия в 2 ч. — М.: Издательство Юрайт, 2018. — 183 с. — (Серия: Бакалавр. Академический курс). — ISBN 978-5-534-00127-3.

7. Взаимодействие химической системы с окружающими молекулами, сольватация. Влияние сольватации на предпочтительные конформации системы. Модели учёта сольватации.

Цирельсон, В. Г. Квантовая химия. Молекулы, молекулярные системы и твердые тела / В. Г. Цирельсон — М.: Бином, 2010. — 496 с. — ISBN 978-5-9963-0080-8; Изд-е 2-е, испр. 2014 — ISBN 978-5-9963-1668-7.

Вопросы утверждены на заседании Ученого совета ИНЭОС РАН.

Протокол № 5 от 13 апреля 2018 г.