

Программа утверждена на заседании

Ученого Совета ИНЭОС РАН

Протокол № от «__» 2020 г.

Учёный секретарь ИНЭОС РАН

Е.Н. Гулакова

Программа Государственного экзамена в ИНЭОС РАН в 2020 году: «МЕТОДЫ ЭКСПЕРИМЕНТА В ХИМИИ»

ВОПРОСЫ для специальностей «Органическая химия» 02.00.03 и
«Химия элементоорганических соединений» 02.00.08

1. Планирование и подготовка химического эксперимента.
2. Ведение лабораторного журнала.
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/пересаживание, возгонка, перегонка с паром). Преимущества, недостатки и ограничения этих методов.
6. Хроматография. Подвижные и неподвижные фазы. Классификация в зависимости от применяемых фаз. Обратные 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, пересаживание. 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	Диметилформамид
Дихлорметан	Диэтиловый эфир	Метанол
Нитрометан	Тетрагидрофуран	Четырёххлористый 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 «Физическая химия» 02.00.04

1. Порошковая и монокристаллическая рентгеновская дифракция. Основные характеристики методов, объекты исследования, пробоподготовка.
2. Установление структуры по данным порошковой рентгеновской дифракции. Основные этапы, отличия от монокристаллического рентгеноструктурного анализа.
3. Применение порошковой рентгеновской дифракции при исследовании разупорядоченных слоистых систем, наночастиц.
4. Измерение электрокаталитической активности материала в реакции выделения водорода из воды в электрохимической ячейке. Устройство ячейки, пробоподготовка, методика эксперимента и анализа полученных кривых.
5. Определение электрохимической емкости материала: основные способы измерения и их принципиальные отличия, методика эксперимента и анализа полученных данных.
6. Применение спектроскопических методов при исследовании слоистых соединений дисульфида молибдена.

ЛИТЕРАТУРА

1. Д.Ю.Пущаровский, Рентгенография минералов, Москва, 2000
2. Китайгородский А.И., Рентгеноструктурный анализ, Москва, 1950
3. Pecharsky V.K., Zavalij P.Y., Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials, Springer, 2002
4. Р.В. Шпанченко, М.Г.Розова, Рентгенофазовый анализ, Москва, Высшая школа, 1998
5. Л.М. Ковба, Рентгенография в неорганической химии, Москва, Высшая школа, 1991
6. Z.M. Wang, MoS₂: Materials, Physics, and Devices, Springer, 2013
7. Порай-Кошиц М.А. Основ структурного анализа химических соединений. Москва, Высшая школа, 1989
8. Чернышев В.В., Определение кристаллических структур методами порошковой дифракции, Изв. Академии наук. Сер. Химическая. 2001. №12. С. 2171-2187