

Программа утверждена на заседании

Ученого Совета ИНЭОС РАН

Протокол № 6 от 13.05.2024г.

Учёный секретарь ИНЭОС РАН *Е.Н. Гулакова*



Программа Государственного экзамена в ИНЭОС РАН в 2024 году.

«МЕТОДЫ ЭКСПЕРИМЕНТА в ХИМИИ»

ВОПРОСЫ для специальностей «Органическая химия» 1.4.3. и «Химия элементоорганических соединений» 1.4.8.

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

<i>Гексан/петролейный эфир</i>	<i>Диметилсульфоксид</i>	<i>Диметилформамид</i>
<i>Дихлорметан</i>	<i>Диэтиловый эфир</i>	<i>Метанол</i>
<i>Нитрометан</i>	<i>Тетрагидрофуран</i>	<i>Четырёххлористый углерод</i>
<i>Толуол</i>	<i>Уксусная кислота</i>	<i>Хлороформ</i>
<i>Этанол</i>	<i>Этилацетат</i>	<i>Диоксан</i>

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» 1.4.7.

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) 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. Применение ИК-спектроскопии и спектроскопии НПВО для анализа полимеров. Основы пробоподготовки.
14. Выделение и очистка полимеров.
15. Основные принципы криотропного гелеобразования.
16. Методы определения гидрофобно-гидрофильных свойств полимерных покрытий.
17. Метод определения газопроницаемости полимерных мембран.
18. Золь-гель анализ сшитых полимеров.
19. Обращенно-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография белков.
20. КД-спектроскопия белковых молекул

Литература:

1. Браун Д., Шердрон Г., Керн В. Практическое руководство по синтезу и исследованию свойств полимеров М., Химия, 1976.
2. Кулезнев В. Н., Шершнев 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.
6. Остерман Л.А. Хроматография белков и нуклеиновых кислот. М.: Наука. 1985.
7. Овчинников Ю. А. Биоорганическая химия. — М.: Просвещение. 1987.
8. V.I.Loizinsky, O.Okay. Basic principles of cryotropic gelation. // Adv.Polym.Sci. -2014. - Vol. 263. - P. 49-101.
9. Л. Б. Бойнович, А. М. Емельяненко. Гидрофобные материалы и покрытия: принципы создания, свойства и применение Успехи химии, 2008, 77 (7), 619–638 <https://doi.org/10.1070/RC2008v077n07ABEH003775>

ВОПРОСЫ для специальности «Физическая химия» 1.4.4.

1. Понятия о упорядоченных и неупорядоченных фазах. Кристаллы, жидкие и пластические кристаллы, жидкости. Дифракционная картина от различных фаз.
2. Лабораторные дифрактометры. Принципиальная схема и назначение основных частей.
3. Общая характеристика метода рентгеноструктурного анализа. Выбор монокристалла.
4. Современный монокристалльный эксперимент. Последовательность действий. Сбор отражений. Учет поглощения. Индексирование массива данных. Решение и уточнение структуры.
5. Операции и элементы симметрии. Взаимодействие элементов симметрии.
6. Трансляционная симметрия. Открытые элементы симметрии: плоскости скользящего отражения и винтовые оси.
7. Монокристалльная рентгеновская дифракция. Основные характеристики метода, объект исследования, пробоподготовка.
8. Установление структуры по данным монокристалльной рентгеновской дифракции. Основные этапы рентгеноструктурного эксперимента.
9. Методы исследования полиморфов и (со)кристаллов.
10. Спектроскопия ЯМР диамагнитных и парамагнитных соединений. Определение спинового состояния комплексов металлов. Метод Эванса.
11. Методы получения монокристаллов.
12. Методы исследования металлоорганических координационных полимеров.
13. Основные принципиальные составляющие спектрометра ЯМР.
14. Устройство магнита и датчика спектрометра ЯМР. Классификация датчиков ЯМР.
15. Алгоритм интерпретации спектральных данных ЯМР для протонных спектров.

16. Практические основы выполнения измерения магнитной восприимчивости методом Эванса.
17. Практические основы пробоподготовки для спектроскопии ЯМР. Использование в ЯМР дейтерированных растворителей. Особенности регистрации спектров без дейтерированного растворителя и с подавлением сигнала растворителя.
18. Методы получения монокристаллов из растворов.
19. ИК-спектроскопия растворов. Пробоподготовка и порядок проведения эксперимента.
20. Порошковая рентгеновская дифракция. Основные характеристики метода, объекты исследования, пробоподготовка.
21. Экспериментальные методы определения скорости реакции.
22. Использование ИК-спектроскопии для анализа строения вещества. Характеристические колебания, «отпечатки пальцев».
23. Применение оптической спектроскопии для экспериментального определения состава комплексов.
24. ИК-спектроскопическое исследование строения вещества с внутри- и межмолекулярными водородными связями.

Литература:

1. Д.Ю.Пушаровский, 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
8. Нифантьев И. Э., Ивченко П. В. Практический курс спектроскопии ядерного магнитного резонанса //Москва. – 2006.
9. Фримэн Р. Магнитный резонанс в химии и медицине. – 2009.
10. Richards S. A. et al. Essential practical NMR for organic chemistry. – Chichester, UK : Wiley, 2011. – С. 1-63.
11. Jacobsen N. E. NMR spectroscopy explained: simplified theory //Applications and Examples for Organic Chemistry and Structural Biology. – 2007. – С. 4-8. Levitt, Spin Dynamics

12. Hore P. J., Jones J. A., Wimperis S. NMR: The toolkit: How pulse sequences work. – Oxford University Press, USA, 2015.