

I. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от «_____» _____ 201 г. № _____

Заведующий кафедрой _____ Акимова Т.И. ___

II. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от «_____» _____ 201 г. № _____

Заведующий кафедрой _____

(подпись)

(и.о. фамилия)

1. Цели и задачи дисциплины:

Цель: формирование у студентов профессиональных научно-исследовательских навыков по использованию современных спектральных методов для разделения и идентификации химических соединений.

Задачи:

- Формирование принципиальных основ, практических возможностей и ограничений важнейших для химиков спектральных методов исследования;
- Ознакомление с аппаратным оснащением и условиями проведения эксперимента;
- Формирование знаний интерпретации и грамотной оценки спектральных данных, в том числе публикуемых в научной литературе;
- Формирование оптимального выбора спектральных методов для решения поставленных задач и заключения на основании анализа и сопоставления всей совокупности имеющихся данных.

Для успешного изучения дисциплины «Спектральные методы исследования» у обучающихся должны быть сформированы следующие предварительные компетенции:

- Знание основных разделов неорганической, органической, аналитической и физической химии.
- Умение применять полученные при изучении основных разделов химии знания к объяснению спектроскопических данных.

В результате изучения данной дисциплины у обучающихся формируются следующие профессиональные компетенции:

Профессиональные компетенции выпускников и индикаторы их достижения:

Задача профессиональной деятельности	Объекты или область знания	Код и наименование профессиональной компетенции	Код и наименование индикатора достижения профессиональной компетенции	Основание (ПС, анализ иных требований, предъявляемых к выпускникам)
Тип задач профессиональной деятельности: технологический				
Контроль качества сырья и готовой продукции метрология, паспортизация и сертификации продукции;	Профессиональное оборудование	ПК-4 Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического	ПК-4-1. Выполняет стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического	ПС: 19.002 20.027 23.041 24.020 24.028 24.030 26.001 26.006 26.009

диагностика материалов и оборудования		назначения, проводить паспортизацию товарной продукции	производства	26.011
			ПК-4-2. Составляет	26.013
			протоколы	40.010
			испытаний, паспорта	40.012
			химической	40.022
			продукции, отчеты о	40.043
			выполненной работе	40.044
			по заданной форме	40.060
				40.085
				40.105
	40.133			
	40.139			

I. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

Раздел I. Введение. Обзор физических методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ. (18 час.)

Тема 1. Введение. Обзор важнейших физметодов исследования (2 час.)

История развития методов исследования вещества. Методы определения физических свойств. Общая характеристика и классификация методов. Спектроскопические методы анализа органических соединений. Основное уравнение Планка. Области электромагнитного излучения, соответствующие отдельным видам спектроскопии. Преимущества физических методов перед химическими. Методы определения электрических дипольных моментов молекул. Обзор некоторых физических методов: ядерный гамма-резонанс, рентгено-структурный анализ, методы оптической спектроскопии (электронная, колебательная, комбинационного рассеяния), микроволновая спектроскопия, масс-спектрометрия, спектроскопия ядерного магнитного резонанса, спектроскопия электронного парамагнитного резонанса. Теоретические основы масс-спектрометрических и спектроскопических методов. Магнето-химические и электрооптические методы, резонансные методы.

Тема 2. Ядерный магнитный резонанс. Теоретические основы. Особенности эксперимента ЯМР (6 час.)

Место ЯМР среди других физических методов исследования органических соединений. Области применения. История метода. Приборы и оборудование. Магнит, датчик, ампулы. Блок-схема спектрометра ЯМР. Эксперимент. Пробоподготовка. Дейтерорастворители.

Теоретические основы ЯМР. Основы теории ЯМР-спектроскопии, спиновое состояние ядер, поведение магнитного момента во внешнем магнитном поле. Магнитные свойства ядер. Эффект Зеемана. Уравнение

резонанса. Случай непопадения в резонанс. Ситуация нескольких магнитных моментов. Спиновое эхо. Уравнение Блоха. Спектр. Продольная релаксация. Поперечная релаксация. Время релаксации. Скалярное взаимодействие. Инвариантность мультиплетности. Номенклатура спиновых систем. Двухспиновые системы АВ и АХ. Ядерный эффект Оверхаузера.

Временное и частотное представление спектра. Принципы импульсной ЯМР-спектроскопии с Фурье-преобразованием. Спад свободной индукции (ССИ). Оцифровка сигнала. Частота сигнала. Цифровое разрешение. Динамический диапазон АЦП. Соотношение сигнал/шум. Операции с ССИ. Методология обработки спектра. Понятие об основных параметрах: химический сдвиг, единицы измерения хим. сдвигов, константы спин-спинового взаимодействия (КССВ). Интенсивность сигналов. Внутренние и внешние стандарты.

Факторы, определяющие хим. сдвиги: а) Влияние электронной плотности на ядре, б) влияние электронной плотности на соседних атомах в) магнитная анизотропия атомов и групп, г) влияние водородных связей, д) эффекты растворителя. Спектр. Информация, содержащаяся в файлах, полученных на приборах фирмы Bruker.

Тема 3. Ядерный магнитный резонанс. Спектроскопия ЯМР на ядрах ^1H , ^{13}C (6 час.)

Ядра ^1H . Характеристики ядра. Диапазон хим. сдвигов. Стандарты. Характерные диапазоны химсдвигов основных классов органических соединений. Таблицы хим. сдвигов. Эмпирические константы заместителей. Аддитивные схемы расчета хим. сдвигов алифатических соединений, олефинов, замещенных бензолов. Спин-спиновое взаимодействие и химическое строение: а) геминальные КССВ, б) вицинальные КССВ, в) дальние КССВ. Уравнение Карплуса. Химическая и магнитная эквивалентность ядер. Уточнение параметров спектра. Симуляция. Экспериментальные методы спектроскопии ЯМР ^1H . Специальные экспериментальные методы в спектроскопии ЯМР. Методы упрощения спектров, подавление, преднасыщение, двойной резонанс, сдвигающие реагенты (шифт-реагенты). Проблемы исследования конформаций. Обменные процессы в спектрах ЯМР: а) внутренняя динамика органических молекул, б) межмолекулярные обменные процессы. Проблемы получения и регистрации спектров.

Ядра ^{13}C . Характеристики ядра. Диапазон хим. сдвигов. Стандарты. Характерные диапазоны химсдвигов основных классов органических соединений. Таблицы хим. сдвигов. Эмпирические константы заместителей. Аддитивные схемы расчета хим. сдвигов замещенных бензолов. Константы

спин-спинового взаимодействия. Экспериментальные методы спектроскопии ЯМР ^{13}C . Ядерный эффект Оверхаузера. 1D. Спектр ^{13}C с подавлением ССВ по протонам Broad Band (BB). Спектр ^{13}C с частичным подавлением ССВ по протонам (Off-resonance). Спектр ^{13}C без подавления ССВ. Спектр DEPT.

Тема 4. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ (4 часа).

Теоретические основы методов. Виды приборов. Требования к образцу. Образование и вид спектра. Межплоскостные и внутривещные расстояния. Область когерентного рассеивания.

Раздел II. Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия высокого разрешения (8 час.)

Тема 1. Введение. Обзор важнейших разновидностей использования метода масс-спектрометрии. Теория метода (4 час.)

Введение. Краткие сведения о масс-спектрометрии. Образование и вид масс-спектра. Молекулярные ионы, многозарядные и метастабильные ионы. Элементный состав ионов. Принципиальная схема масс-спектрометра. Системы напуска: холодный ввод, горячий ввод, прямой ввод. Хромато-масс-спектрометрия. Методы ионизации: электронная ионизация, фотоионизация, ионизация полем, полевая десорбция, химическая ионизация, электроспрей, лазерная десорбция, химическая ионизация при атмосферном давлении. Разделение ионов: электрический, магнитный, квадрупольный, времяпролетный анализаторы, ионная ловушка. Масс-спектрометры с двойной фокусировкой. Основные характеристики масс-спектрометра: разрешающая способность, массовая область, способ развертки масс-спектра. Способы регистрации и представления масс-спектров.

Энергетическое состояние ионов, образующихся при ионизации. Принцип Франка-Кондона. Основное и электронно-возбужденные состояния молекулярного иона. Процессы перегруппировки в масс-спектрометрии.

Влияние различных методов ввода и ионизации на вид масс-спектра. Модификация масс-спектра. Способы повышения летучести соединений.

Метод хромато-масс-спектрометрии. Стыковка масс-спектрометра с хроматографом. Информация, получаемая в методе хромато-масс-спектрометрии. Современное состояние методов масс-спектрометрии и хромато-масс-спектрометрии.

Тема 2. Обработка и анализ масс-спектра (4 час.)

Расшифровка масс-спектров. Стабильные изотопы и вычисление интенсивностей изотопных пиков. Определение молекулярного веса и элементного состава соединения по масс-спектру низкого разрешения. Определение элементного состава по масс-спектру низкого и высокого разрешения. Формальная ненасыщенность.

Применение масс-спектрометрии для решения структурных задач органической химии. Функциональные группы, характеристические потери и пики.

Раздел III. Методы оптической спектроскопии. Позитронно-аннигиляционная спектроскопия. (10 час.)

Тема 1. Инфракрасная спектроскопия (4 час.)

Введение. Молекулярная спектроскопия. Методы колебательной и вращательной спектроскопии. Уровни энергии и переходы между ними. Шкала электромагнитных волн и диапазоны спектральных методов. Длина волны, частота, волновое число, интенсивность. Спектр. Форма линии. Закон Бугера-Ламберта-Бера.

Инфракрасные спектры. История метода. Приборы. Источники и приемники ИК излучения. Материалы, используемые в ИК-области спектра. Блок-схема и принцип работы двухлучевого спектрофотометра. Техника приготовления образцов для анализа. Растворители. Физические основы метода. Интенсивность поглощения. Правила отбора. Форма инфракрасных полос поглощения. Колебание многоатомных молекул. Нормальные колебания нелинейных и линейных молекул. Валентные колебания, деформационные колебания, обертоны и комбинационные полосы.

Характеристичность частот в колебательных спектрах молекул. Область функциональных групп и область “отпечатков пальцев”. Применение ИК-спектров для идентификации органических соединений. Атласы и каталоги инфракрасных спектров. Структурный анализ по характеристическим частотам. Корреляционные диаграммы характеристических частот. Межмолекулярные эффекты и характеристические частоты групп. Влияние растворителя и концентрации. Влияние внутримолекулярных факторов на характеристические частоты групп: напряжение цикла и стерические эффекты, электронные эффекты и сопряжение, дипольное и трансаннулярное взаимодействие (эффект поля), внутримолекулярная водородная связь (ВС). Различие внутри- и межмолекулярной ВС.

Особенности ИК-спектров важнейших классов органических соединений. Спирты, амины, парафины и циклопарафины, олефины, ацетилены, ароматические углеводороды, простые эфиры, карбоновые кислоты и сложные эфиры, нитрилы, нитросоединения, кетоны, альдегиды и т.д.

Тема 2. Электронная спектроскопия (4 час.)

Методы электронной спектроскопии. Электронные уровни энергии органических соединений. Особенности ультрафиолетовых и видимых спектров поглощения. Принципиальная схема спектрофотометра и

приготовление образца. Поглощение органических соединений. Понятие о *хромофоре* и *ауксохроме*. Классификация электронных состояний и переходов. Типы полос поглощения. Влияние растворителя: положительная и отрицательная сольватохромия. Поглощение ауксохромных групп и простых хромофорных групп. Сопряженные хромофоры: диены, α,β -ненасыщенные карбонильные соединения, полиины и др. Правила Вудворда-Физера. Пространственные внутри- и межмолекулярные эффекты в электронных спектрах. Основные типы задач, решаемых с помощью УФ-спектроскопии для установления строения молекул. Количественный анализ по электронным спектрам поглощения.

Тема 3. Позитронно-аннигиляционная спектроскопия. Мессбауэровская или γ -резонансная спектроскопия (2 часов).

Позитрон (e^+) и позитроний (Ps) в конденсированных средах. Их свойства и характеристики. Специфические свойства и аннигиляция позитрония. Возможны процессы аннигиляции и взаимодействия позитронов и позитрония с веществом. Суть методов тройных совпадений, угловой корреляции аннигиляционных квантов, доплеровского смещения аннигиляционной гамма-линии. Основы метода измерения времени жизни позитронов и позитрония.

Особенности аннигиляций позитрония в жидкостях («пузырьковая» модель), в твердых телах (модель «свободного объема», модель «ловушек»).

Общие сведения об экспериментальных методах позитронной спектроскопии. Сечение процессов аннигиляции, γ -2-фотонная, γ -3-фотонная аннигиляция. Состояние атома позитрония. Влияние магнитного поля (эффект Зеемана). Измерение времени жизни позитронов в веществе. Временной спектр. Методы определения вероятности 3γ -аннигиляции позитрона.

Мессбауэровская или γ -резонансная спектроскопия. Эффект Мессбауэра на атомах. Химический сдвиг и расщепление резонансной линии. Влияние симметрии окружения на химический сдвиг и расщепление. Примеры спектров веществ.

II. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ПРАКТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА И САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

Лабораторные работы (36 час.)

Занятия 1, 2. Принципы использования метода ЯМР в установлении строения органических соединений (8 час.).

1. Ознакомление студентов с прибором и правилами его эксплуатации;

2. Ознакомление студентов с принципами решения задач по ядерному магнитному резонансу:
 - a) расчет параметров спектра;
 - b) отнесение резонансных сигналов;
 - c) сборка молекулы по структурным фрагментам;
 - d) работа с таблицами спектральных данных;
3. Самостоятельное решение задач по спектроскопии протонного магнитного резонанса.
4. Анализ спектров ЯМР ^{13}C . Определение параметров спектров.

Занятие 3 Рентгенофазовый анализ(4 час):

1. Ознакомление студентов с дифрактометром и правилами его эксплуатации;
2. Ознакомление студентов с принципами расшифровки дифрактограмм.
3. Самостоятельное решение задач.

Занятия 4, 5. Использование метода масс-спектрометрии в структурном анализе (8 час).

1. Задачи по определению элементного состава соединения по масс-спектру низкого и высокого разрешения.
2. Анализ масс-спектров смеси соединений.
3. Задачи по определению строения неизвестного соединения по его масс-спектру.
4. Работа с хромато-масс-спектрограммами, записанными на хромато-масс-спектрометре Agilent 6890N с масс-анализатором Agilent 5973N: выяснение количественного и качественного состава анализируемого образца.
5. Самостоятельное решение задач.

Занятия 6, 7. Методы оптической спектроскопии (8 час).

1. Знакомство с корреляционными таблицами частот в колебательных спектрах и их применением к интерпретации спектров.
2. Решение задач по интерпретации: ИК-спектров с помощью корреляционных таблиц.
3. Решение индивидуальных задач по интерпретации ИК-спектров.
4. Установление строения неизвестных соединений по их ИК-спектрам.
5. Вычисление длины волны, волнового числа и коэффициента молярной экстинкции из УФ-спектров.
6. Решение задач по использованию УФ-спектров в структурных исследованиях.

7. Решение задач на правило Вудворда-Физера. Влияние сопряжения, замещения, растворителя, процессов протонирования-депротонирования на УФ-спектры.
8. Комплексное использование физических методов для решения структурных задач.

Занятие 8. Фотоэлектронная спектроскопия (4 часа)

1. Ознакомление студентов с прибором для записи ФЭС и правилами его эксплуатации;
2. Ознакомление студентов с принципами расшифровки ФЭС.
3. Самостоятельное решение задач.

Занятие 9: Позитронно-аннигиляционная спектроскопия.

Мессбауэровская или γ -резонансная спектроскопия (4 час).

1. Ознакомление студентов с прибором и правилами его эксплуатации;
2. Ознакомление студентов с принципами расшифровки позитронно-аннигиляционных, γ -резонансных спектров.
3. Самостоятельное решение задач.

4. План-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине

5.

№ п/п	Дата/сроки выполнения	Вид самостоятельной работы	Примерные нормы времени на выполнение	Форма контроля
1.	1-2 недели	Подготовка к лабораторной работам № №1-2	6 час.	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
2.	3-4 недели	Подготовка к лабораторной работам № №3-4	6 час.	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
3.	5-6 недели	Подготовка к лабораторной работам № №5-6	6 час.	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
4.	7-8 недели	Подготовка к лабораторной работам № №7-8	6 час.	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной

				работы.
5.	9 неделя	Подготовка к лабораторной работе №9	6 час.	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
6.	10-11 недели	Подготовка к итоговому отчету	6 час.	Написание и защита итогового тестирования

III. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ.

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся по дисциплине «Спектральные методы исследования» и включает в себя:

характеристика заданий для самостоятельной работы обучающихся и методические рекомендации по их выполнению;

критерии оценки выполнения самостоятельной работы.

Задание на дом к лабораторным работам №№ 1, 2

Просмотреть материал лекций, доступные учебники и методические пособия к лабораторным занятиям и подготовиться к решению задач на применение метода ЯМР ^1H в структурном анализе.

Задание на дом к лабораторной работе № 3

Просмотреть материал лекций, учебники и методические пособия и подготовиться к выполнению лабораторной работы по рентгенофазовому и рентгеноструктурному методам исследования.

Задание на дом к лабораторным работам №№ 4, 5

Просмотреть материал лекций, доступные учебники и методические пособия к практическим занятиям и подготовиться к выполнению заданий по применению метода масс-спектрометрии в структурном анализе.

Задание на дом к лабораторной работе №№ 6,7

Просмотреть материал лекций, учебники и методические пособия, решить самостоятельно рекомендованные задачи для самостоятельного решения из учебного пособия и подготовиться к выполнению лабораторной работы «Методы оптической спектроскопии».

Задание на дом к лабораторной работе № 8

Просмотреть материал лекций, доступные учебники и методические пособия к практическим занятиям и подготовиться к выполнению по методам ФЭС.

Задание на дом к лабораторной работе № 9

Просмотреть материал лекций, учебники и методические пособия, решить самостоятельно рекомендованные задачи для самостоятельного решения из учебного пособия и подготовиться к выполнению лабораторной работы «Позитронно-аннигиляционная спектроскопия. Мессбауэровская или γ -резонансная спектроскопия».

Контрольные задания для самопроверки.

Общие вопросы

1. Какие признаки положены в основу деления шкалы электромагнитных волн на диапазоны и каковы особенности оптического диапазона?
2. Как связано волновое число с длиной волны ?
1) $\nu = \lambda$; 2) $\Delta\nu = -\Delta\lambda/\lambda^2$; 3) $\nu = c/\lambda$; 4) $\nu = 1/\lambda$.
3. Наибольшая энергия требуется:
1) для возбуждения электронов;
2) для возбуждения колебаний атомов в молекуле;
3) для возбуждения вращений молекулы;
4) для переориентации спинов ядер.
4. Каково соотношение между энергиями электронных E_e , колебательных E_u и вращательных E_r состояний молекулы?
1) $E_e > E_u > E_r$; 2) $E_u > E_r > E_e$; 3) $E_r > E_e > E_u$; 4) $E_r > E_u > E_e$.
5. При рассмотрении спектров какого типа необходимо учитывать принцип Франка-Кондона?
1) ИК-. 2) вращательных. 3) КР-. 4) электронных.
6. В каких областях спектра наблюдаются электронно-колебательно-вращательные, колебательно-вращательные и вращательные спектры?
7. В каких областях спектра проявляются переходы между электронными, колебательными и вращательными состояниями молекул?
1) Колебательные — в ИК-области, вращательные — в УФ-области, электронные — в микроволновой.
2) Колебательные — в микроволновой, электронные — в УФ-области, вращательные — в ИК-области.
3) Колебательные — в ИК-области, вращательные — в микроволновой,

электронные — в УФ-области.

4) Колебательные — в УФ-области, электронные — в ИК-области, вращательные — в микроволновой.

8. Методы анализа, основанные на измерении поглощенного образцом света, называются:

- 1) радиометрией;
- 2) абсорбциометрией;
- 3) флюориметрией;
- 4) турбидиметрией.

Колебательная спектроскопия

1. Колебательные спектры возникают при взаимодействии вещества :

- 1) с гамма-излучением;
- 2) с видимым светом;
- 3) с радиоволнами
- 4) с ИК-излучением;
- 5) с УФ-излучением

2. Инфракрасным спектрам поглощения соответствуют:

- 1) электронные переходы из основного в возбужденное состояние;
- 2) колебательные переходы из основного в возбужденное состояние;
- 3) электронные переходы из возбужденного в основное состояние;
- 4) вращательные переходы из основного в возбужденное состояние.

3. Частота валентных колебаний:

- 1) больше чем частота деформационных колебаний;
- 2) меньше чем частота деформационных колебаний;
- 3) больше чем частота деформационных колебаний одной и той же группы молекулы;
- 4) меньше чем частота деформационных колебаний одной и той же группы молекулы.

4. Комбинационным рассеянием называется рассеяние света:

- 1) без изменения частоты;
- 2) с увеличением частоты;
- 3) с уменьшением частоты;
- 4) с изменением частоты.

5. Какие колебания молекулы CO_2 проявляются в ИК-спектре, а какие в КР-спектре?

- 1) Полносимметричное валентное колебание ν_1 активно в КР-спектре, а деформационное ν_2 и антисимметричное ν_3 — в ИК-спектре.
- 2) Все колебания ν_1 , ν_2 и ν_3 активны в ИК- и КР-спектрах.
- 3) Полносимметричное валентное колебание ν_1 активно в ИК-спектре, а деформационное ν_2 и антисимметричное ν_3 — в КР-спектре.
- 4) Все колебания ν_1 , ν_2 и ν_3 активны только в ИК-спектре.

6. Сколько поступательных, вращательных и колебательных степеней свободы у тетраэдрической молекулы CH_4 ?

- 1) Поступательных — 3, вращательных — 3, колебательных — 9.
- 2) Поступательных — 3, вращательных — 2, колебательных — 10.
- 3) Поступательных — 3, вращательных — 3, колебательных — 3.
- 4) Поступательных — 3, вращательных — 3, колебательных — 5.

7. Сколько поступательных, вращательных и колебательных степеней свободы у линейной молекулы HCN и угловой — H_2O ? Одинаково ли у них число основных частот колебаний?

8. Укажите характерные особенности колебательных спектров (ИК- и КР-) приведенных ниже молекул:

- 1) Cl_2 ; 2) HCl ; 3) CO ;
- 4) $\text{CF}_2=\text{CH}_2$ (только валентные колебания двойной связи);
- 5) $\text{CH}_3\text{CH}=\text{CHCH}_3$ (только валентные колебания двойной связи).

9. Отличаются ли энергии диссоциации изотопных молекул, например H_2 и D_2 ?

- 1) Энергии диссоциации одинаковы.
- 2) На вопрос ответить нельзя, так как не приведены данные об их частотах колебаний и ангармоничности.
- 3) Энергия диссоциации у D_2 больше, чем у H_2 .
- 4) Энергия диссоциации у H_2 больше, чем у D_2 .

10. Проявляются ли (активны ли) колебания полярных двухатомных молекул (например HCl) в ИК-спектрах и спектрах КР?

- 1) Проявляются только в ИК-спектрах.
- 2) Проявляются только в КР-спектрах.
- 3) Проявляются в ИК-спектрах и в спектрах КР.
- 4) Не проявляются ни в ИК-спектрах, ни в спектрах КР.

11. Предскажите вид колебательных спектров (ИК- и КР-спектров) для линейной молекулы диоксида углерода и укажите типы колебаний для данной молекулы.

12. Какие изменения произойдут в инфракрасном спектре поглощения изопропилового спирта после его обработки хлористым бензоилом?

13. Какие изменения произойдут в инфракрасном спектре поглощения изопропилового спирта после его обработки хлористым ацетилом?

14. Какие основные изменения произойдут в инфракрасном спектре поглощения циклопентанона после его обработки этиленгликолем в кислой среде?

15. Какие характерные различия можно ожидать в инфракрасном спектре поглощения для следующих соединений :

а) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$, $(\text{CH}_3)_2\text{CHNH}_2$ и $(\text{CH}_3)_3\text{N}$

б) $(\text{CH}_3)_2\text{CH-O-CH}(\text{CH}_3)$, $(\text{CH}_3)_3\text{C-O-CH}_2\text{CH}_3$ и $(\text{CH}_3)_3\text{C-O-N}$

в) $(\text{CH}_3)_2\text{CH-OH}$ и $(\text{CH}_3)_2\text{CH-O-CH}(\text{CH}_3)_2$

г) $\text{CH}\equiv\text{CCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$, $\text{CH}_3\text{C}\equiv\text{CCH}_2\text{CH}_3$ и $\text{CH}\equiv\text{CCH}(\text{CH}_3)_2$

д) $\text{CH}_3\text{CH}=\text{CHCH}_3$, $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)_2$, $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{CH}_3$ и $(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{C}(\text{CH}_3)_2$

е) дипропиламин, анилин и трифениламин.

16. В ИК-спектре молекулы CS_2 наблюдаются две основные частоты при 399 и 1552 см^{-1} , а в КР-спектре — одна при 671 см^{-1} . На основании этих данных укажите, какова геометрия молекулы сероуглерода и какие колебания проявляются (активны) в ИК-спектре.

17. Молекула ацетилена в основном состоянии имеет линейное строение, а в возбужденном состоянии принимает нелинейную транс-конфигурацию. Одинаково ли число основных частот колебаний этих двух состояний?

18. В инфракрасном спектре поглощения (2-оксиэтил)-циклопентадиена, полученном в тонком слое, имеется широкая полоса поглощения в области $3600\text{--}3100\text{ см}^{-1}$. При записи спектра в разбавленном (0,01 М) растворе в четыреххлористом углероде широкая полоса исчезает и вместо нее появляется узкий пик при 3600 см^{-1} . Объясните данные различия в инфракрасных спектрах поглощения.

19. Молекула ацетилена в основном состоянии имеет линейное строение, а в возбужденном состоянии принимает нелинейную транс-конфигурацию. Одинаково ли число основных частот колебаний этих двух состояний?

20. Максимум полосы поглощения ОН-группы *o*-нитрофенола в ИК-спектре, полученном в таблетке КВг или в разбавленном растворе CHCl_3 , имеет одну и ту же частоту — 3200 см^{-1} , а в случае *n*-нитрофенола частоты максимума разные и равны соответственно 3325 и 3530 см^{-1} . Дайте объяснение.

Электронная спектроскопия

1. Спектрам поглощения в ультрафиолетовой области спектра соответствуют:

1) электронные переходы из основного в возбужденное состояние;

- 2) колебательные переходы из основного в возбужденное состояние;
- 3) электронные переходы из возбужденного в основное состояние;
- 4) вращательные переходы из основного в возбужденное состояние.

2. Электронные переходы в молекулах проявляются в ультрафиолетовой и видимой областях спектра примерно от 100 до 1000 нм. Какова энергия этих переходов в см^{-1} ?

- 1) 10 – 100; 2) 100 – 1000; 3) 10000 – 100000; 4) 10 – 100000.

3. Электронные спектры возникают при взаимодействии вещества:

- 1) с гамма-излучением; 2) с видимым светом ; 3) с радиоволнами ;
- 4) с ИК-излучением ; 5) с УФ-излучением.

4. Какие электронные переходы запрещены по спину:

- 1) синглет-синглетные ; 2) синглет-триплетные ; 3) триплет-триплетные ; 4) для электронных переходов нет запрета по спину.

5. Какова мультиплетность электронного состояния молекулы, при котором спины двух электронов параллельны:

- 1) 1/2 ; 2) 1 ; 3) 2 ; 4) 3.

6. Среди приведенных ниже групп найдите ауксохромы:

- 1) $\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{O}$; 2) $\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{C}$; 3) $-\text{NH}_2$; 4) $\text{C}=\text{C}$; 5) $\text{C}=\text{O}$; 6) $-\text{OH}$.

7. Увеличение цепи сопряжения полиенов приводит в УФ-спектре к :

- 1) батохромному сдвигу и гипохромному эффекту;
- 2) батохромному сдвигу и гиперхромному эффекту;
- 3) гипохромному сдвигу и гипохромному эффекту;
- 4) гипохромному сдвигу и гиперхромному эффекту.

8. Видимый свет представляет собой электромагнитное излучение, занимающее интервал спектра от 400 до 800 нм. Объясните, почему многие вещества имеющие максимум поглощения ниже 400 нм интенсивно окрашены.

9. Электронные спектры поглощения бутанона-2 и бутен-3-она-2 в области 220–350 нм имеют один максимум: при 270 нм ($\epsilon \approx 17$) — спектр А и при 315 нм ($\epsilon \approx 28$) — спектр Б. Какому веществу принадлежит каждый спектр?

10. В электронном спектре поглощения трифениламина имеется полоса при 227 нм в нейтральном растворе. Объясните, почему данная полоса исчезает в кислом растворе.

11. Можно ли по электронным спектрам поглощения контролировать течение следующих реакций : а) диеновой конденсации; б) альдольной конденсации; в) азосочетания; г) образования ацеталей; д) гидрирования аренов.

12. Оптическая плотность водного раствора соединения X при $\lambda = 250$ нм составляет 0,542 при концентрации 0,1 моль/л в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. Коэффициент поглощения соединения X равен 9000. Известно, что X реагирует по уравнению: $X = Y + Z$. Найдите константу равновесия этой реакции, если известно что соединения Y и Z не поглощают в области поглощения X.

13. При гидролизе 5-метил-3-хлор-1,4-гексадиена были выделены два изомерных спирта. Электронный спектр поглощения одного из них содержит полосу при 223 нм ($\lg \varepsilon = 4,4$), а другого — полосу при 236 нм ($\lg \varepsilon = 4,3$). Каково их строение?

14. При нагревании образца этилциклопентадиена ($\lambda_{\text{макс}} = 247$ нм, $\varepsilon \approx 3400$) в течении 0,5; 1,5; 2,5; 4 ч в спектре поглощения наблюдается уменьшение мольного коэффициента поглощения и составляет 2800, 2050, 1650, 1100 соответственно. Определите для каждого момента времени степень превращения этилциклопентадиена в его димер, если последний прозрачен при 247 нм.

15. Какие изменения в электронном спектре поглощения акролеина $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CHO}$ [$\lambda_{\text{макс}} = 203$ нм ($\varepsilon \approx 12000$), $\lambda_{\text{макс}} = 345$ нм ($\varepsilon \approx 20$)] следует ожидать при разбавлении этанолом, содержащим следы кислоты?

16. Пропускание водного раствора фумарата натрия при $\lambda = 250$ нм и 25°C составляет 19,2 % для $5 \cdot 10^{-4}$ моль/л раствора в кювете толщиной 1 см. Вычислите оптическую плотность и молярный коэффициент поглощения.

17. Как будет изменяться УФ-спектр поглощения фенола в водном растворе при изменении кислотности среды от сильнокислой до щелочной?

18. Для ряда линейных полициклических ароматических углеводородов общей формулы $C_nH_{0,5n+3}$ (где $n = 14, 18, 22$) в электронных спектрах поглощения имеются максимумы поглощения при 380 нм ($\epsilon \sim 7900$), 480 нм ($\epsilon \sim 11000$) и 580 нм ($\epsilon \sim 12600$). Соотнесите данные спектров с формулами кислот.

19. Электронные спектры поглощения метиловых эфиров бензойной и фенилуксусной кислот имеют в интервале 220 – 350 нм имеют один максимум: при 260 нм ($\lg \epsilon \sim 2,2$) — спектр А и при 285 нм ($\lg \epsilon \sim 3,1$) — спектр Б. Какому веществу соответствует каждый спектр?

20. Для ряда непредельных кислот $CH_3(CH=CH)_nCOOH$ (где $n = 2, 3, 4$) в электронных спектрах поглощения имеются максимумы поглощения при 260 нм ($\epsilon \sim 6500$), 310 нм ($\epsilon \sim 9000$) и 330 нм ($\epsilon \sim 11000$). Соотнесите данные спектров со структурами кислот.

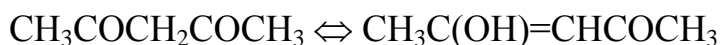
21. Какие изменения в электронном спектре поглощения циклопропанона следует ожидать после гидратации?

22. Электронные спектры поглощения бутадиена-1,3 и гексадиена-2,4 в области 200–250 нм имеют один максимум : при 217 нм ($\epsilon \sim 21000$) — спектр А и при 227 нм ($\epsilon \sim 23000$) — спектр Б. Какому веществу принадлежит каждый спектр?

23. В каком растворителе, CCl_4 или CH_3CN , больше вероятность зарегистрировать тонкую колебательную структуру электронного перехода растворенного соединения? Почему?

24. Можно ли отличить методами оптической спектроскопии внутри- и межмолекулярную водородную связь? Аргументируйте ответ конкретными примерами.

25. Определите константу кето-енольной таутомерии ацетилацетона для растворов вещества в гексане, этаноле и воде, если в указанной области молярный коэффициент поглощения равен 11200, 9500 и 1900 соответственно. Объясните, полученные результаты.



кетон-форма енольная форма
 $\lambda_{\text{макс}} 275 \text{ нм} (\epsilon \sim 100)$ $\lambda_{\text{макс}} 270 \text{ нм} (\epsilon \sim 12000)$

26. В электронном спектре поглощения окиси мезитила $\text{CH}_3\text{COCH}=\text{C}(\text{CH}_3)_2$ (в гептане) в области от 200 до 400 нм имеются две полосы поглощения с максимумами при $\lambda = 230 \text{ нм}$ и $\lambda = 327 \text{ нм}$, обусловленные соответственно $\pi \rightarrow \pi^*$ и $n \rightarrow \pi^*$ переходами. Объясните, какие изменения произойдут в спектре после замены гептана на более полярный растворитель.

27. Какие характерные изменения произойдут в электронном спектре поглощения ацетоуксусного эфира после замены растворителя: гексана на воду?

28. Какие изменения произойдут в УФ-спектре циклопентанона после его обработки литийалюминийгидридом?

29. Какому из непредельных изомерных спиртов $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}$ принадлежит электронный спектр поглощения с максимумом при 223 нм ($\epsilon = 14000$)?

- 1) $\text{CH}\equiv\text{CCH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$
- 2) $\text{CH}\equiv\text{CCH}(\text{OH})\text{CH}=\text{CHCH}_3$
- 3) $\text{CH}\equiv\text{CCH}=\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$
- 4) $\text{CH}_2=\text{CHCH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{C}\equiv\text{CH}$
- 5) $\text{CH}_2=\text{CHC}(\text{CH}_3)(\text{OH})\text{C}\equiv\text{CH}$

ЯМР-спектроскопия

1. Какие из приведенных ниже ядер не обладают магнитными свойствами:

- 1) ^{13}C ; 2) ^{19}F ; 3) ^{12}C ; 4) ^{31}P ; 5) ^{14}N ; 6) ^{16}O .

2. Что такое химический сдвиг и каковы причины его появления?

3. Какому из трихлорпропанов принадлежит спектр ПМР, содержащий два синглета?

4. Определите структуру углеводорода C_8H_{14} , спектр ПМР которого состоит из трех синглетов при 1,75, 1,85, 6,0 м.д. с отношением площадей 3:3:1.

5. Соединение с брутто-формулой $\text{C}_4\text{H}_9\text{ON}$ имеет в спектре ПМР три синглета равной интенсивности. Укажите каково возможное строение соединения.

6. Сложный эфир $C_4H_6O_2Cl_2$ дает в спектре ПМР следующие сигналы (δ , м.д.): 1,25 (триплет); 4,35 (квадруплет); 5,95 (синглет); соотношение интенсивностей сигналов 3:2:1. Укажите формулу вещества.
7. Какой вид имеет спектр ПМР азобисизобутиронитрила, структурная формула которого $NC(CH_3)_2CN=NC(CH_3)_2CN$?
8. Укажите число и характер резонансных сигналов в спектре ПМР 2,2,4-триметилпентана.
9. Сколько сигналов и с каким соотношением интенсивностей содержит спектр ПМР 4-метилпентанон-2-ола-4?
10. В спектре ПМР смеси галогенпроизводных $C_2H_2Cl_4$ и $C_2H_2Br_4$ имеются два одинаковых по интенсивности синглета. Каковы возможные структуры компонентов?
11. Какова структура углеводорода C_3H_4 , в спектре ПМР которого имеется один сигнал?
12. Сколько сигналов и с каким соотношением интенсивностей содержит спектр ПМР 2-метилбутанона-3.
13. Укажите число сигналов, характер расщепления сигналов и их интенсивность в спектре ПМР метилового эфира 2-метилпропановой кислоты.
14. Соединение C_5H_{12} содержит в спектре ПМР единственный сигнал при 0,82 м.д. Определите строение вещества.
15. Предскажите характер ПМР-спектра этилового спирта с добавками кислоты.
16. Какие характерные различия можно ожидать в ПМР-спектре для следующих соединений :
 $(CH_3)_2CHCOOCH_3$, $CH_3COOCH(CH_3)_2$ и $HCOOC(CH_3)_3$

17. Сколько сигналов и с каким соотношением интенсивностей содержит спектр ПМР 4-метилпентанон-2-ола-4: $(\text{CH}_3)_2\text{C}(\text{OH})\text{CH}_2\text{COCH}_3$?

18. Углеводуру C_8H_{10} соответствует спектр ПМР, содержащий два синглета при δ 2,1 и 7,2 м.д. с соотношением интенсивностей 3:2. Установите строение вещества.

19. Ароматический углеводород C_8H_{10} имеет следующий спектр ПМР (δ , м.д.) : 1,15 (триплет); 2,8 (квадруплет); 7,15 (уширенный синглет); соотношение интенсивностей сигналов 3:2:5. Установите структуру вещества.

20. Соединение C_5H_{12} содержит в спектре ПМР единственный сигнал при 0,82 м.д. Определите строение вещества.

21. Чем отличаются спектры ПМР ацетонитрила и хлорацетонитрила?

Масс-спектрометрия

1. Объясните, как можно определить молекулярную массу химического соединения по его масс-спектру.

2. Объясните, может ли масс-спектрометр отличить ионы C_2H_5^+ и CHO^+ друг от друга, если он способен анализировать ионы которые отличаются по значениям m/z на 1:50000.

3. Известно три изомера этилпиридина :

В масс-спектре каждого из изомеров наблюдается пик с массовым числом 92. Данный пик соответствует следующим ионам:

Укажите, в масс-спектре какого из трех изомеров этилпиридина пик с массовым числом 92 будет иметь наибольшую интенсивность? Почему?

4. Масс-спектр пропанола имеет следующий вид $m/z = 27(14), 28(11), 29(17), 31(100), 39(6), 41(10), 42(13), 43(4), 45(5), 58(5), 59(15), 60(10)$. Какому из изомерных спиртов он принадлежит? Объясните пути образования основных осколочных ионов.

Позитронно-аннигиляционная спектроскопия. Мессбауэровская или γ -резонансная спектроскопия.

1. Что такое позитрон (e^+) и позитроний (Ps) в конденсированных средах? Каковы их свойства и характеристики? В чём заключаются специфические свойства и аннигиляция позитрония? Какие возможны процессы аннигиляции и взаимодействия позитронов и позитрония с веществом?
2. В чём суть методов тройных совпадений, угловой корреляции аннигиляционных квантов, доплеровского смещения аннигиляционной гамма-линии? Каковы основы метода измерения времени жизни позитронов и позитрония?
3. Особенности аннигиляций позитрония в жидкостях («пузырьковая» модель), в твердых телах (модель «свободного объема», модель «ловушек»).
4. В чём суть метода Мессбауэровская или γ -резонансная спектроскопия.?
5. Эффект Мессбауэра на атомах.
6. Химический сдвиг и расщепление резонансной линии. Влияние симметрии окружения на химический сдвиг и расщепление.

Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ. Рентгено-электронная спектроскопия. Фотоэлектронная спектроскопия

1. Как происходит дифракция монохроматического рентгеновского излучения на монокристаллах и поликристаллитах?
2. Как описать набор плоскостей, используя параметры элементарной ячейки?
3. Как интенсивность отражения связана с содержанием ячейки?
4. Дифрактограмма порошка. На что похожа дифракционная картина?
5. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ.
6. Дифракция рентгеновского монохроматического излучения.
7. Формула Лауэ для расчета размера частиц и межпакетного расстояния в аморфных веществах. Уравнение Брэгга-Вульфа.
8. Расчет межслоевых расстояний в кристаллических веществах.
9. Рентгено-электронная спектроскопия. Фотоэлектронная спектроскопия. Общие положения. Отнесение полос в РФЭ-спектрах.

Комбинированные задачи

1. Что такое структурно-групповой анализ и на каких теоретических представлениях он базируется?

2. С помощью какого типа спектра можно однозначно приписать веществу одну из структур приводимых ниже изомеров.



3. Использование каких спектров поглощения (колебательных или электронных) наиболее приемлемо для различения следующих пар соединений:

- а) хлорбензол и п-бромтолуол;
- б) п-этилфенол и 2-фенилэтанол?

4. С помощью каких спектров проще различить следующие соединения:

- а) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{C}\equiv\text{CH}$, $\text{CH}_3\text{C}\equiv\text{CCH}_3$ и $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}\equiv\text{CC}_6\text{H}_5$.
- б) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$, $(\text{CH}_3)_3\text{CCH}_2\text{Cl}$, $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{Cl}$ и $(\text{CH}_3)_3\text{CCl}$.
- в) $\text{CH}_3\text{CH}=\text{CHCOCH}_3$ и $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$
- г) $\text{CH}_3\text{C}\equiv\text{CCH}(\text{CH}_3)_2$ и $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{C}\equiv\text{CCH}_2\text{CH}_3$
- д) $\text{CH}_2=\text{CHCH}=\text{CHCH}=\text{CH}_2$ и $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_4\text{C}\equiv\text{CH}$
- е) $\text{CH}\equiv\text{C}(\text{CH}_3)_3$, $\text{CH}_3\text{C}\equiv\text{CCH}_2\text{CH}_3$ и $\text{CH}\equiv\text{CCH}(\text{CH}_3)_2$
- ж) $\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3$ и $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOCH}_3$

Структура отчета по лабораторной работе

Отчеты по лабораторным работам представляются в электронной форме, подготовленные как текстовые документы в редакторе MSWord.

Отчет по работе должен быть обобщающим документом, включать всю информацию по выполнению заданий, в том числе, уравнения реакций, таблицы, методику проведения лабораторных опытов, список литературы, расчеты и т. д.

Структурно отчет по лабораторной работе, как текстовый документ, комплектуется по следующей схеме:

- *Титульный лист* – обязательная компонента отчета, первая страница отчета, по принятой для лабораторных работ форме (титульный лист отчета должен размещаться в общем файле, где представлен текст отчета);
- *Исходные данные к выполнению заданий* – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержат указание варианта, темы и т.д.);
- *Основная часть* – материалы выполнения заданий, разбивается по рубрикам, соответствующих заданиям работы, с иерархической структурой:

пункты – подпункты и т. д.

Рекомендуется в основной части отчета заголовки рубрик (подрубрик) давать исходя из формулировок заданий, в форме отглагольных существительных;

- *Выводы* – обязательная компонента отчета, содержит обобщающие выводы по работе (какие задачи решены, оценка результатов, что освоено при выполнении работы);

- *Список литературы* – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержит список источников, использованных при выполнении работы, включая электронные источники (список нумерованный, в соответствии с правилами описания библиографии).

Оформление отчета по лабораторной работе

Отчет по лабораторной работе относится к категории «*письменная работа*», оформляется *по правилам оформления письменных работ студентами ДВФУ*.

Необходимо обратить внимание на следующие аспекты в оформлении отчетов работ:

- набор текста;
- структурирование работы;
- оформление заголовков всех видов (рубрик-подрубрик-пунктов-подпунктов, рисунков, таблиц, приложений);
- оформление перечислений (списков с нумерацией или маркировкой);
- оформление таблиц;
- оформление иллюстраций (графики, рисунки, фотографии, схемы);
- набор и оформление математических выражений (формул);
- оформление списков литературы (библиографических описаний) и ссылок на источники, цитирования.

Набор текста осуществляется на компьютере, в соответствии со следующими требованиями:

- печать – на одной стороне листа белой бумаги формата А4 (размер 210 на 297 мм.);
- интервал межстрочный – полуторный;
- шрифт – Times New Roman;
- размер шрифта - 14 пт., в том числе в заголовках (в таблицах допускается 10-12 пт.);
- выравнивание текста – «по ширине»;
- поля страницы - левое – 25-30 мм., правое – 10 мм., верхнее и нижнее – 20 мм.;

- нумерация страниц – в правом нижнем углу страницы (для страниц с книжной ориентацией), сквозная, от титульного листа до последней страницы, арабскими цифрами (первой страницей считается титульный лист, на котором номер не ставится, на следующей странице проставляется цифра «2» и т. д.).

- режим автоматического переноса слов, за исключением титульного листа и заголовков всех уровней (перенос слов для отдельного абзаца блокируется средствами MSWord с помощью команды «Формат» – абзац при выборе опции «запретить автоматический перенос слов»).

Если рисунок или таблица размещены на листе формата больше А4, их следует учитывать как одну страницу. Номер страницы в этих случаях допускается не проставлять.

Список литературы и все *приложения* включаются в общую в сквозную нумерацию страниц работы.

ОБРАЗЕЦ ОФОРМЛЕНИЯ ОТЧЕТА В РАБОЧЕМ ЖУРНАЛЕ

(подпись преподавателя о допуске к работе)

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № _____

Тема:

Цель работы:

Работа начата: Окончена:

План работы:

1. Материалы, посуда и оборудование.
2. Этапы прodelываемой работы.
3. Рисунки и обозначения.
4. Результаты работы в виде графиков и расчетных таблиц.
5. Техника безопасности.
6. Выводы.

Подпись преподавателя:

Методические рекомендации по организации самостоятельной работы студентов.

Самостоятельная работа по дисциплине «Спектральные методы исследования» проводится с целью углубления и закрепления полученных в ходе лекционных занятий знаний и приобретение навыков пользования рекомендованной литературой, навыков научного исследования.

1. Рекомендации по использованию материалов рабочей программы.

Рабочая программа знакомит студентов с предметом, целями, задачами курса «Спектральные методы исследования».

В рабочей программе приведены содержание учебной дисциплины, тематический план, планы практических (лабораторных) занятий, указана необходимая литература.

В методическом разделе в соответствии с учебной программой сформулированы основные вопросы практических занятий, научная и методическая литература, даны методики выполнения лабораторных работ и указания по их выполнению.

2. Рекомендации по работе с учебной и научной литературой.

При подготовке к практическим занятиям следует использовать в основном учебники и учебные пособия из приведённого списка литературы.

Следует четко знать определения, дополнять каждый теоретический вопрос соответствующими примерами.

3. Рекомендации по подготовке к практическим занятиям и зачету.

Самостоятельное изучение дисциплины целесообразно начинать, ознакомившись с программой дисциплины и требованиями к знаниям и умениям по данной дисциплине. Далее можно переходить к его поэтапному изучению, привлекая для этого материалы лекций и рекомендованную учебную литературу.

Изучая дисциплину, необходимо добиться овладения ее основами и научиться применять теоретические знания для решения практических задач. Содержание незнакомых терминов, встретившихся в процессе освоения учебного материала, можно выяснить при помощи справочной литературы или у преподавателя.

Следует четко знать определения, принципы, дополнять каждый теоретический вопрос соответствующими примерами и графиками.

Критерии оценки выполнения самостоятельной работы.

Оценивание подготовки к лабораторным занятиям проводится по критериям:

- Знание терминологии спектральных методов;
- Полнота и качество выполненных заданий;
- Правильность оформления отчетов по лабораторным работам;
- Теоретическое обоснование полученного результата;
- Отсутствие фактических ошибок, связанных с пониманием темы.

IV. КОНТРОЛЬ ДОСТИЖЕНИЯ ЦЕЛЕЙ КУРСА

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций		Оценочные средства - наименование	
				текущий контроль	промежуточная аттестация
1.	Раздел I. Введение. Обзор спектральных методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ. Раздел II. Масс- спектрометрия и хромато-масс- спектрометрия высокого разрешения Раздел III. Методы оптической спектроскопии. Позитронно- аннигиляционная спектроскопия.	ПК-4	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №1-3. Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1-14
			Умеет	Проверка отчета по лабораторным работам №1-3 (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1-14
			Владеет	Анализ лабораторных работ № 1- 3.(ПР-6). Групповая дискуссия (УО- 4).	Вопросы к зачету №№ 1-14
2.	Раздел I. Введение. Обзор спектральных методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ. Раздел II. Масс- спектрометрия и хромато-масс- спектрометрия высокого разрешения . Раздел III. Методы оптической спектроскопии. Позитронно- аннигиляционная спектроскопия..	ПК-4	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №4,5 (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 15- 30
			Умеет	Проверка отчета по лабораторным работам №4,5. (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 31- 41
			Владеет	Анализ лабораторных работ № 4,5.(ПР-6). Итоговое тестирование (ПР-1).	Вопросы к зачету №№ 42- 53

3.	Раздел I. Введение. Обзор спектральных методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ. Раздел II. Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия высокого разрешения Раздел III. Методы оптической спектроскопии. Позитронно-аннигиляционная спектроскопия.	ПК-4	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №4,5 (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 15-30
			Умеет	Проверка отчета по лабораторным работам №4,5. (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 31-41
			Владеет	Анализ лабораторных работ № 4,5.(ПР-6). Итоговое тестирование (ПР-1).	Вопросы к зачету №№ 42-53

Типовые контрольные задания, методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений и навыков и (или) опыта деятельности, а также критерии и показатели, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и характеризующие этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы, представлены в фонде оценочных средств.

V. СПИСОК УЧЕБНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Основная литература:

1. Афанасьев, Б.Н. Физическая химия. [Электронный ресурс] / Б.Н. Афанасьев, Ю.П. Акулова. — Электрон. дан. — СПб. : Лань, 2012. — 416 с. — Режим доступа: <http://e.lanbook.com/book/4312>

2. Физико-химические методы исследования : учебник для вузов / В. И. Криштафович, Д. В. Криштафович, Н. В. Еремеева. -М.:Дашков и К°,2015.- 208с. Локальная база ДВФУ:

<https://lib.dvfu.ru:8443/lib/item?id=chamo:786050&theme=FEFU>.

3. Сильверстейн, Р. Спектрометрическая идентификация органических соединений./ Р. Сильверстейн, Ф. Вебстер, Д. Кимл, пер. с англ. Н.М. Сергеева, Б.Н.Тарасевич,- М: Бином. Лаборатория знаний, 2012. - 550 с. Локальная база ДВФУ:
<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:63212&theme=FEFU>

4. Васильева В.И., Стоянова О.Ф., Шкутина И.В., Карпов С.И. Спектральные методы анализа. Практическое руководство. Учебное пособие. СПб: Лань, 2014.- 416с. Локальная сеть ДВФУ: БД Лань. Доступно по адресу:
http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=50168

5. Лебухов В.И., Окара А.И., Павлюченкова Л.П. Физико-химические методы исследования. Учебник для ВПО. СПб: Лань, 2012.- 480с. Локальная сеть ДВФУ: БД Лань. Доступно по адресу:
http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=4543

Дополнительная литература

1. Гишон Ж., Гийемен К. Количественная газовая хроматография для лабораторных анализов и промышленного контроля. - М., Мир, 1991.-580с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:31016&theme=FEFU>

2.Хроматография в тонких слоях /Пер. с нем. под ред. Э. Шталя/. - М., Мир, 1982.-381с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:127731&theme=FEFU>

3.Другов Ю.С., Беликов А.Б., Дьякова Г.А., Тульчинский В.М. Методы анализа загрязнений воздуха. - М., Химия, 1984.-384с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:135857&theme=FEFU>

4.Орлов В.И., Аратсков А.А. Жидкостная хроматография. Теоретические основы.-СИНТЕКО, Дзержинск, 1997 (электронный вариант).-42с.

Доступно по адресу: <http://anchem.ru/chromos/liqch.pdf>

VI. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

Рекомендации по планированию и организации времени, отведенного на изучение дисциплины

Время, отведённое на самостоятельную работу, должно быть использовано обучающимся планомерно в течение семестра.

Планирование – важнейшая черта человеческой деятельности. Для организации учебной деятельности эффективным вариантом является использование средств, напоминающих о стоящих перед вами задачах, и их последовательности выполнения. В роли таких средств могут быть ИТ-технологии (смартфоны, планшеты, компьютеры и т.п.), имеющие

приложения/программы по организации распорядка дня/месяца/года и сигнализирующих о важных событиях, например, о выполнении заданий по дисциплине «Спектральные методы исследования».

Регулярность – первое условие поисков более эффективных способов работы. Рекомендуется выбрать день/дни недели для регулярной подготовки по дисциплине «Спектральные методы исследования», это позволит морально настроиться на выполнение поставленных задач, подготовиться к ним и выработать правила выполнения для них, например, сначала проработка материала лекций, чтение первоисточников, затем выделение и фиксирование основных идей. Рекомендуемое среднее время два часа на одно занятие.

Описание последовательности действий, обучающихся при изучении дисциплины

В соответствии с целями и задачами дисциплины студент изучает на занятиях и дома разделы лекционного курса, готовится к практическим занятиям, проходит контрольные точки текущей аттестации, включающие разные формы проверки усвоения материала (собеседование, тестирование и др.).

Освоение дисциплины включает несколько составных элементов учебной деятельности:

1. Внимательное чтение рабочей программы учебной дисциплины (помогает целостно увидеть структуру изучаемых вопросов). В ней содержится перечень контрольных испытаний для всех разделов и тем, включая экзамен; указаны сроки сдачи заданий, предусмотренных учебной программой курса дисциплины «Спектральные методы исследования».

2. Неотъемлемой составной частью освоения курса является посещение лекций и их конспектирование. Глубокому освоению лекционного материала способствует предварительная подготовка, включающая чтение предыдущей лекции, работу с учебниками.

3. Регулярная подготовка к практическим занятиям и активная работа на них, включающая:

- повторение материала лекции по теме;
- знакомство с планом занятия и списком основной и дополнительной литературы, с рекомендациями по подготовке к занятию;
- изучение научных сведений по данной теме в разных учебных пособиях;

- чтение первоисточников и предлагаемой дополнительной литературы;
- посещение консультаций с целью выяснения возникших сложных вопросов при подготовке к практическим занятиям.

4. Подготовка к зачету (в течение семестра), повторение материала всего курса дисциплины.

Рекомендации по работе с литературой

Изучение дисциплины следует начинать с проработки тематического плана лекций, уделяя особое внимание структуре и содержанию темы и основных понятий. Изучение «сложных» тем следует начинать с составления логической схемы основных понятий, категорий, связей между ними. Целесообразно прибегнуть к классификации материала, в частности при изучении тем, в которых присутствует большое количество незнакомых понятий, категорий, теорий, концепций, либо насыщенных информацией типологического характера.

При работе с литературой обязательно выписывать все выходные данные по каждому источнику. Можно выписывать кратко основные идеи автора и иногда приводить наиболее яркие и показательные цитаты (с указанием страниц). Ищите аргументы «за» или «против» идеи автора.

Чтение научного текста является частью познавательной деятельности. Ее цель – извлечение из текста необходимой информации. От того на сколько осознанна читающим собственная внутренняя установка (найти нужные сведения, усвоить информацию полностью или частично, критически проанализировать материал и т.п.) во многом зависит эффективность осуществляемого действия.

Используйте основные установки при чтении научного текста:

1. информационно-поисковая (задача – найти, выделить искомую информацию);
2. усваивающая (усилия читателя направлены на то, чтобы как можно полнее осознать и запомнить как сами сведения излагаемые автором, так и всю логику его рассуждений);
3. аналитико-критическая (читатель стремится критически осмыслить материал, проанализировав его, определив свое отношение к нему);
4. творческая (создает у читателя готовность в том или ином виде – как отправной пункт для своих рассуждений, как образ для действия по аналогии и т.п. – использовать суждения автора, ход его мыслей, результат

наблюдения, разработанную методику, дополнить их, подвергнуть новой проверке).

Для работы с научными текстами применяйте следующие виды чтения:

1. библиографическое – просматривание карточек каталога, рекомендательных списков, сводных списков журналов и статей за год и т.п.;

2. просмотрное – используется для поиска материалов, содержащих нужную информацию, обычно к нему прибегают сразу после работы со списками литературы и каталогами, в результате такого просмотра читатель устанавливает, какие из источников будут использованы в дальнейшей работе;

3. ознакомительное – подразумевает сплошное, достаточно подробное прочтение отобранных статей, глав, отдельных страниц, цель – познакомиться с характером информации, узнать, какие вопросы вынесены автором на рассмотрение, провести сортировку материала;

4. изучающее – предполагает доскональное освоение материала; в ходе такого чтения проявляется доверие читателя к автору, готовность принять изложенную информацию, реализуется установка на предельно полное понимание материала;

5. аналитико-критическое и творческое чтение – два вида чтения близкие между собой тем, что участвуют в решении исследовательских задач. Первый из них предполагает направленный критический анализ, как самой информации, так и способов ее получения и подачи автором; второе – поиск тех суждений, фактов, по которым или в связи с которыми, читатель считает нужным высказать собственные мысли.

Основным для студента является изучающее чтение – именно оно позволяет в работе с учебной литературой накапливать знания в профессиональной области.

При работе с литературой можно использовать основные виды систематизированной записи прочитанного:

1. Аннотирование – предельно краткое связное описание просмотренной или прочитанной книги (статьи), ее содержания, источников, характера и назначения.

2. Планирование – краткая логическая организация текста, раскрывающая содержание и структуру изучаемого материала.

3. Тезирование – лаконичное воспроизведение основных утверждений автора без привлечения фактического материала.

4. Цитирование – дословное выписывание из текста выдержек, извлечений, наиболее существенно отражающих ту или иную мысль автора.

5. Конспектирование – краткое и последовательное изложение содержания прочитанного.

Подготовка к лабораторным занятиям

При подготовке к лабораторным занятиям рекомендуется пользоваться материалами лекций, рекомендованной литературой и ресурсами интернет. Вопросы, которые вызывают затруднение при подготовке, должны быть заранее сформулированы и озвучены во время занятий в аудитории для дополнительного разъяснения преподавателем. Ответы, выносимые на обсуждение, должны быть тщательно подготовлены и по ним составлена схема (план), которой студент пользуется на занятии. При ответе надо логически грамотно выражать и обосновывать свою точку зрения, свободно оперировать понятиями и категориями. При самостоятельном решении задач нужно обосновывать каждый этап решения, исходя из теоретических положений курса.

Задание на дом к лабораторным работам №№ 1, 2

Просмотреть материал лекций, доступные учебники и методические пособия к лабораторным занятиям и подготовиться к решению задач на применение метода ЯМР ¹H в структурном анализе.

Задание на дом к лабораторной работе № 3

Просмотреть материал лекций, учебники и методические пособия и подготовиться к выполнению лабораторной работы по рентгенофазовому и рентгеноструктурному методам исследования.

Задание на дом к лабораторным работам №№ 4, 5

Просмотреть материал лекций, доступные учебники и методические пособия к практическим занятиям и подготовиться к выполнению заданий по применению метода масс-спектрометрии в структурном анализе.

Задание на дом к лабораторной работе №№ 6,7

Просмотреть материал лекций, учебники и методические пособия, решить самостоятельно рекомендованные задачи для самостоятельного решения из учебного пособия и подготовиться к выполнению лабораторной работы «Методы оптической спектроскопии».

Задание на дом к лабораторной работе № 8

Просмотреть материал лекций, доступные учебники и методические пособия к практическим занятиям и подготовиться к выполнению по методам ФЭС.

Задание на дом к лабораторной работе № 9

Просмотреть материал лекций, учебники и методические пособия, решить самостоятельно рекомендованные задачи для самостоятельного решения из учебного пособия и подготовиться к выполнению лабораторной работы «Позитронно-аннигиляционная спектроскопия. Мессбауэровская или γ -резонансная спектроскопия».

Подготовка к зачету

В процессе подготовки к зачету, следует ликвидировать имеющиеся пробелы в знаниях, углубить, систематизировать и упорядочить знания. Особое внимание следует уделить организации подготовки к зачету. Для этого важны следующие моменты - соблюдение режима дня: сон не менее 8 часов в сутки; занятия заканчивать не позднее, чем за 2-3 часа до сна; прогулки на свежем воздухе, неустойчивые занятия спортом во время перерывов между занятиями. Наличие полных собственных конспектов лекций является необходимым условием успешной сдачи зачета. Если пропущена какая-либо лекция, необходимо ее восстановить, обдумать, устранить возникшие вопросы, чтобы запоминание материала было осознанным. Следует помнить, что при подготовке к зачету вначале надо просмотреть материал по всем вопросам сдаваемой дисциплины, далее отметить для себя наиболее трудные вопросы и обязательно в них разобраться. В заключение еще раз целесообразно повторить основные положения.

VII. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Учебные химические лаборатории. Химическая посуда и химические реактивы.

Спектрометр ядерного магнитного резонанса высокого разрешения AVANCE 400МГц (Bruker); жидкостной хроматограф 1200 Agilent Technologies. США; жидкостной хроматограф 1100 Agilent Technologies. США; газовые хроматографы 6890 с детектором 5975N; газовый хроматограф 6890 с детектором 5973N, газовый хроматограф 6850 с пламенно –ионизационным детектором и детектором по теплопередачи; ИК-Фурье спектрофотометр Vertex 70 с приставкой комбинационного рассеивания RAM II и ИК- микроскопом Hyperion 1000 (Bruker); ИК-Фурье спектрометр Spektrum BX (PerkinElmer), двулучевой сканирующий спектрофотометр УФ\видимого диапазона Cintra 5 (JBC Scientific equipment). Дифрактометр "Advance-D8" ("Bruker") для рентгенофазового анализа.

VIII. ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

I. ПАСПОРТ ФОНДА ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ по дисциплине «Спектральные методы исследования»

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций		Оценочные средства - наименование	
				текущий контроль	промежуточная аттестация
1.	Раздел I. Введение. Обзор спектральных методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ. Раздел II. Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия высокого разрешения Раздел III. Методы оптической спектроскопии. Позитронно-аннигиляционная спектроскопия.	ПК-4	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №1-3. Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1-14
			Умеет	Проверка отчета по лабораторным работам №1-3 (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1-14
			Владеет	Анализ лабораторных работ № 1-3.(ПР-6). Групповая дискуссия (УО-4).	Вопросы к зачету №№ 1-14
2.	Раздел I. Введение. Обзор спектральных методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ. Раздел II. Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия высокого разрешения Раздел III. Методы оптической спектроскопии.	ПК-4	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №4,5 (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 15-30
			Умеет	Проверка отчета по лабораторным работам №4,5. (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 31-41
			Владеет	Анализ лабораторных работ №	Вопросы к зачету №№ 42-53

	Позитронно-аннигиляционная спектроскопия..			4,5.(ПР-6). Итоговое тестирование (ПР-1).	
3.	Раздел I. Введение. Обзор спектральных методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ. Раздел II. Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия высокого разрешения Раздел III. Методы оптической спектроскопии. Позитронно-аннигиляционная спектроскопия.	ПК-4	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №4,5 (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 15-30
			Умеет	Проверка отчета по лабораторным работам №4,5. (ПР-6). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 31-41
			Владеет	Анализ лабораторных работ № 4,5.(ПР-6). Итоговое тестирование (ПР-1).	Вопросы к зачету №№ 42-53

II. Шкала оценивания уровня сформированности компетенций

Задача профессиональной деятельности	Объекты или область знания	Код и наименование профессиональной компетенции	Код и наименование индикатора достижения профессиональной компетенции	Основание (ПС, анализ иных требований, предъявляемых к выпускникам)
Тип задач профессиональной деятельности: технологический				
Контроль качества сырья и готовой продукции метрология, паспортизация и сертификации	Профессиональное оборудование	ПК-4 Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции	ПК-4-1. Выполняет стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции	ПС: 19.002 20.027 23.041 24.020 24.028 24.030 26.001 26.006

продукции; диагностика материалов и оборудования		химического назначения, проводить паспортизации товарной продукции	химического	26.009
			производства	26.011
			ПК-4-2. Составляет	26.013
			протоколы	40.010
			испытаний, паспорта	40.012
			химической	40.022
			продукции, отчеты о	40.043
			выполненной работе	40.044
			по заданной форме	40.060
				40.085
	40.105			
	40.133			
	40.139			

Примерный перечень оценочных средств (ОС)

I. Устный опрос

1. Собеседование (УО-1) (Средство контроля, организованное как специальная беседа преподавателя с обучающимся на темы, связанные с изучаемой дисциплиной, и рассчитанное на выяснение объема знаний обучающегося по определенному разделу, теме, проблеме и т.п.) - Вопросы по темам/разделам дисциплины.

2. Тест (ПР-1). (Система стандартизированных заданий, позволяющая автоматизировать процедуру измерения уровня знаний и умений обучающегося по дисциплине) – набор вариантов тестовых заданий.

4. Лабораторная работа (ПР-6). (Средство для закрепления и практического освоения материала по определенному разделу) – Комплект методических указаний к выполнению и оформлению отчета по лабораторной работе.

5. Зачет (Средство промежуточного контроля) – Вопросы к зачету, образцы билетов.

КОМПЛЕКС ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ

Перечень теоретических вопросов к зачету по дисциплине «Спектральные методы исследования»

К аттестации по дисциплине допускаются студенты, выполнившие все лабораторные работы и защитившие отчеты по ним.

1. Промежуточная аттестация студентов. Промежуточная аттестация студентов по дисциплине проводится в соответствии с локальными нормативными актами ДВФУ и является обязательной.

Перечень оценочных средств

Примерный перечень оценочных средств (ОС)

I. Устный опрос

1. Зачет (Средство промежуточного контроля) – Вопросы к зачету, образцы билетов.

Перечень теоретических вопросов к зачету по дисциплине «Спектральные методы исследования»

1. Физические и физико-химические методы исследования вещества. Классификация и характеристика методов. Резонансные и нерезонансные методы.
2. Средства измерения, их классификация. Структурная схема исследовательского прибора, его характеристики. Чувствительность и селективность методов.
3. Закон Бугера-Ламберта-Бера применительно к физическим методам исследования.
4. Однолучевая схема абсорбционного спектрофотометра, ее структурные элементы. Преимущества и недостатки однолучевой схемы с классическим монохроматором. Фурье-спектрометры.
5. Молекулярная спектроскопия. Спектр. Форма линии.
6. Явление комбинационного рассеяния света для молекулярной системы. Интенсивность колебательного спектра молекул в поглощении и комбинационном рассеянии.
7. Приборы для регистрации спектров комбинационного рассеяния света.
8. ИК спектроскопия, типы колебаний. Задачи, решаемые этим методом.
9. Инфракрасный спектрометр, принципиальная схема.
10. Техника приготовления образцов для анализа методом ИК-спектроскопии.
11. Характеристичность частот в колебательных спектрах молекул.
12. Использование характеристических полос поглощения в ИК-спектре для структурного анализа молекул органических соединений. Эмпирические приемы расшифровки ИК-спектров.
13. Электронная спектроскопия. Объекты исследования.
14. Электронные переходы. Интенсивность поглощения и испускания света при электронных переходах.
15. Концепция электронных переходов в молекулах. Объекты для электронной спектроскопии. Хромофоры и ауксохромы. Гипо- и гиперхромный эффект.
16. Полуэмпирическая классификация электронных переходов и полос поглощения в спектрах молекул. Полосы переноса заряда.
17. Избирательное поглощение важнейших структурных фрагментов молекул

в УФ-области спектра. Установление структуры органических соединений по электронным спектрам.

18. Принцип аддитивности для сопряженных электронных систем. Правила Вудворда-Физера и их применение для структурного анализа органических молекул.
19. Метод ЯМР, сущность, задачи.
20. Принципиальная схема ЯМР-спектрометра. Режимы развертки спектра. Перспективные направления совершенствования ЯМР-спектрометров.
21. Условие ядерного магнитного и электронного парамагнитного резонанса.
22. Протонный магнитный резонанс (ПМР). Индуцированные магнитные поля и магнитное экранирование. Конусы анизотропии.
23. Пробоподготовка в ЯМР.
24. Спектр ЯМР: интенсивности, шкала, частота.
25. Шкала ЯМР. Стандарты. Хим. сдвиги.
26. Характеристичность частот в спектрах ^1H ЯМР.
27. Спин-спиновое взаимодействие. Мультиплетность.
28. Химическая и магнитная эквивалентность.
29. Номенклатура спиновых систем.
30. Стандарты в ^1H ЯМР и ^{13}C ЯМР.
31. Спин-спиновые взаимодействия ядер. Мультиплетное расщепление сигналов, константы спин-спинового взаимодействия. Спектры ПМР 1-го и 2-го порядков.
32. Установление молекулярной структуры по спектрам ПМР. Аддитивные схемы для расчета химических сдвигов.
33. Трудности в расшифровке ПМР-спектров 2-го порядка и возможные пути их преодоления. Влияние конформационных переходов на вид спектра ПМР.
34. Спектроскопия ЯМР C^{13} . Стандарты и диапазоны химических сдвигов для органических молекул.
35. Двумерные экспериментальные методы спектроскопии ^{13}C -ЯМР
36. Двумерные экспериментальные методы спектроскопии ^1H -ЯМР.
37. Ядерный эффект Оверхаузера.
38. Метод масс-спектрометрии и задачи, решаемые с его помощью.
39. Принцип действия масс-спектрометра. Основные характеристики масс-спектрометра.
40. Процессы ионизации молекул в масс-спектрометрии. Типы ионов и методы ионизации.
41. Масс-спектрометрия: координаты и единицы измерения. Изотопные отношения. Чувствительность и разрешающая способность метода.

42. Методы анализа вещества в масс-спектрометрии: способы ввода образца, способы ионизации и способы представления результатов.
43. Хромато-масс-спектрометрия. Информация, получаемая методами хромато-масс-спектрометрии.
44. Аппаратное оформление метода: соединение хроматографа и масс-спектрометра. Типы ионов в масс-спектре электронной ионизации.
45. Молекулярный ион. Изотопные пики. Способ определения брутто-формулы соединения по анализу группы пиков молекулярного иона.
46. Масс-спектрометрия высокого разрешения.
47. Фрагментация органических соединений. Закономерности фрагментации.
48. Гомологические серии пиков ионов основных классов простых органических соединений.
49. Перегруппировочные процессы. Перегруппировка Мак-Лафферти.
50. Качественный масс-спектрометрический анализ. Количественный хромато-масс-спектрометрический анализ. Базы данных по масс-спектрометрии.
51. Что такое позитрон (e^+) и позитроний (Ps) в конденсированных средах? Каковы их свойства и характеристики? В чём заключаются специфические свойства и аннигиляция позитрония? Какие возможны процессы аннигиляции и взаимодействия позитронов и позитрония с веществом?
52. В чём суть методов тройных совпадений, угловой корреляции аннигиляционных квантов, доплеровского смещения аннигиляционной гамма-линии? Каковы основы метода измерения времени жизни позитронов и позитрония?
53. Особенности аннигиляций позитрония в жидкостях («пузырьковая» модель), в твердых телах (модель «свободного объема», модель «ловушек»).
54. В чём суть метода Мессбауэровская или γ -резонансная спектроскопия? Эффект Мессбауэра на атомах.
55. Химический сдвиг и расщепление резонансной линии. Влияние симметрии окружения на химический сдвиг и расщепление.
56. Как происходит дифракция монохроматического рентгеновского излучения на монокристаллах и поликристаллитах?
57. Как описать набор плоскостей, используя параметры элементарной ячейки?
58. Как интенсивность отражения связана с содержанием ячейки?
59. Дифрактограмма порошка. На что похожа дифракционная картина?
60. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ.
61. Дифракция рентгеновского монохроматографического излучения.

62. Формула Лауэ для расчета размера частиц и межпакетного расстояния в аморфных веществах. Уравнение Брэгга-Вульфа.
63. Расчет межслоевых расстояний в кристаллических веществах.
64. Рентгено-электронная спектроскопия. Фотоэлектронная спектроскопия. Общие положения. Отнесение полос в РФЭ-спектрах.

Комплект заданий итогового тестирования

1. Дополните

Сигналы системы двух взаимодействующих ядер водорода, расположенных у соседних атомов углерода в результате их взаимодействия в спектре ЯМР ^1H представлены

2. Дополните

Интенсивности отдельных линий в дублете

3. Дополните

Сигналы системы, в которой протон H_A имеет на соседнем атоме углерода два эквивалентных протона H_X в спектре ЯМР ^1H представлены

4. Дополните

Интенсивности отдельных линий в триplete ...

5. Дополните

Интенсивности отдельных линий в триplete не равны и соответствуют

6. Дополните

Расстояние между соседними линиями в триplete

7. Дополните

Расстояние между соседними линиями в триplete соответствует величине

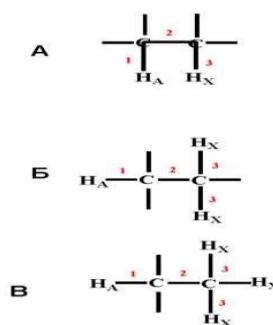
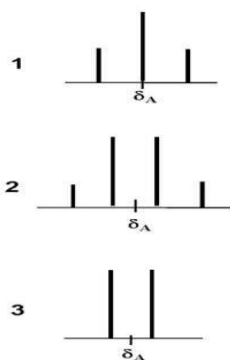
8. Дополните

Сигналы системы, в которой протон H_A имеет на соседнем атоме углерода три эквивалентных протона H_X в спектре ЯМР ^1H представлены

9. Дополните

Интенсивности отдельных линий в квартете соответствуют

10. Установите соответствие



11. Установите соответствие

- | | |
|-------------------------------|---|
| 1. Прямое взаимодействие | А взаимодействующие ядра разделены двумя связями |
| 2. Геминальное взаимодействие | Б взаимодействующие ядра разделены одной связью |
| 3. Вицинальное взаимодействие | В взаимодействующие ядра разделены четырьмя или пятью связями |
| 4. Дальнее взаимодействие | Г взаимодействующие ядра разделены тремя связями |

12. Дополните

Энергия спин-спинового взаимодействия, а, следовательно, и константа спин-спинового взаимодействия, в противоположность химическому сдвигу, _____ от напряженности внешнего магнитного поля.

13. Выберите правильный ответ

Каковы единицы измерения константы спин-спинового взаимодействия ?

- А. м.д. Б. Гц В. Тс Г. кДж/моль

14. Выберите правильный ответ

Геминальная константа не зависит от

1. заместителей в α -положении
2. заместителей в β -положении
3. угла между связями
4. расположения соседних π -связей
5. гибридизации атома углерода

15. Дополните

Магнитно-эквивалентными называют такие ядра, которые имеют _____ резонансную частоту и общее для всех характеристическое значение константы спин-спинового взаимодействия с ядрами любой соседней группы.

16. Установите соответствие

К спектрам первого порядка относят спектры соединений, для которых выполняется правило:

1. отношение $J/\nu_0\delta < 0.1$
2. отношение $J/\nu_0\delta = 1$
3. отношение $J/\nu_0\delta > 1$

17. Дополните

Так, интенсивность центральных линий а удаленных линий - _____. Этот эффект называют эффектом крыша.

18. Дополните

Взаимодействие протона (или эквивалентных протонов) с двумя неэквивалентными протонами с различными константами спин-спинового взаимодействия приводит к появлению в спектре сигнала в виде _____

19. Дополните

Взаимодействие протона (или набора эквивалентных протонов) с двумя эквивалентными протонами и одним отличающимся по химическому сдвигу протоном с различными константами спин-спинового взаимодействия приводит к появлению в спектре сигнала в виде _____

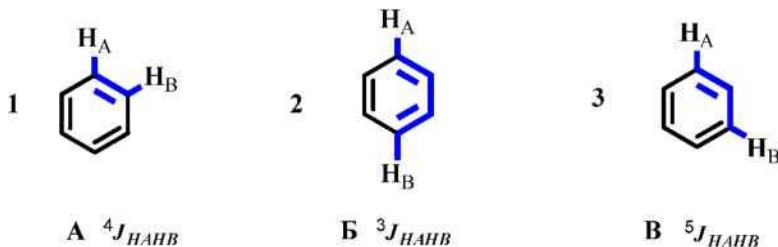
20. Дополните

Взаимодействие протона (или набора эквивалентных протонов) с тремя эквивалентными протонами и одним отличающимся по химическому сдвигу протоном с различными константами спин-спинового взаимодействия приводит к появлению в спектре сигнала в виде дублета _____

21. Дополните

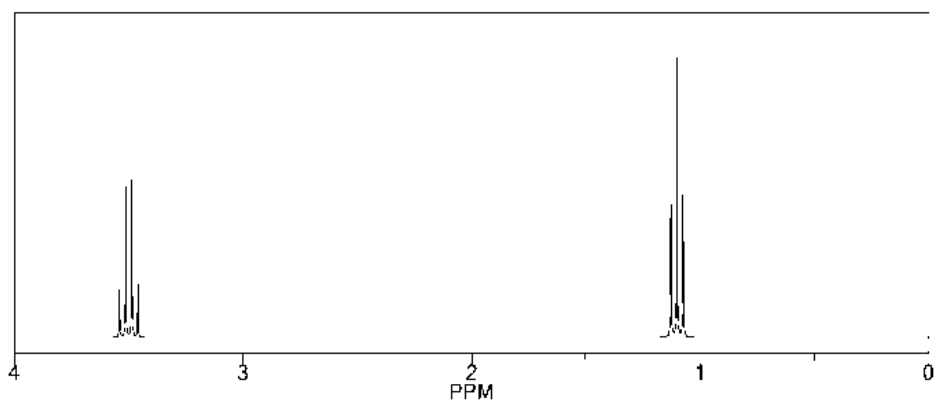
Взаимодействие протона (или набора эквивалентных протонов) с двумя эквивалентными протонами и двумя, отличающимся по химическому сдвигу протонами, с различными константами спин-спинового взаимодействия приводит к появлению в спектре сигнала в виде _____

22. Установите соответствие



23. Выберите правильный ответ

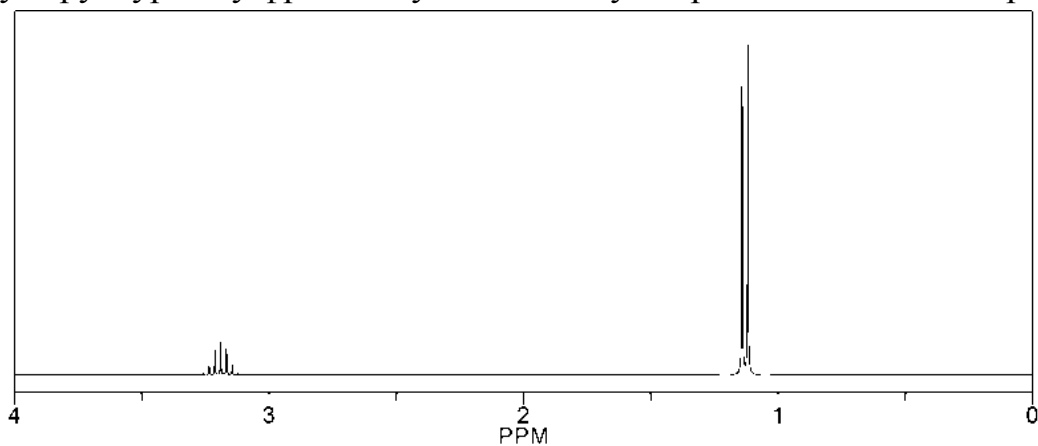
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. $X-CH_2CH_3$ 2. CH_3OCH_2-X 3. CH_2-CH_2-X

24. Выберите правильный ответ

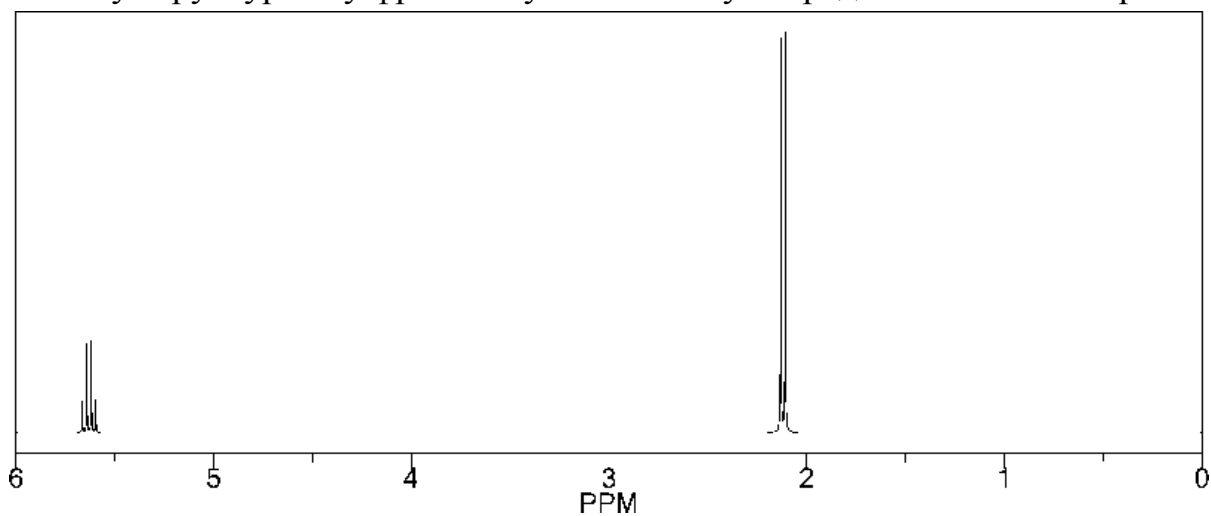
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. CH_3-CH_3 2. $X-CH(CH_3)$ 3. CH_2-O-CH_2-X

25. Выберите правильный ответ

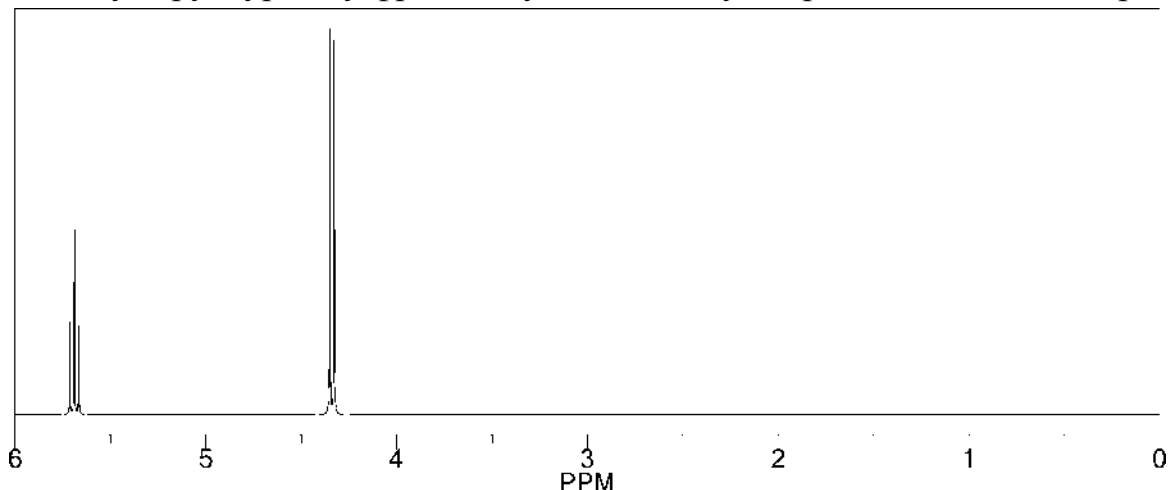
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. CH_3-CHX_2 2. CH_3CH_2X 3. XCH_2XCH_3

26. Выберите правильный ответ

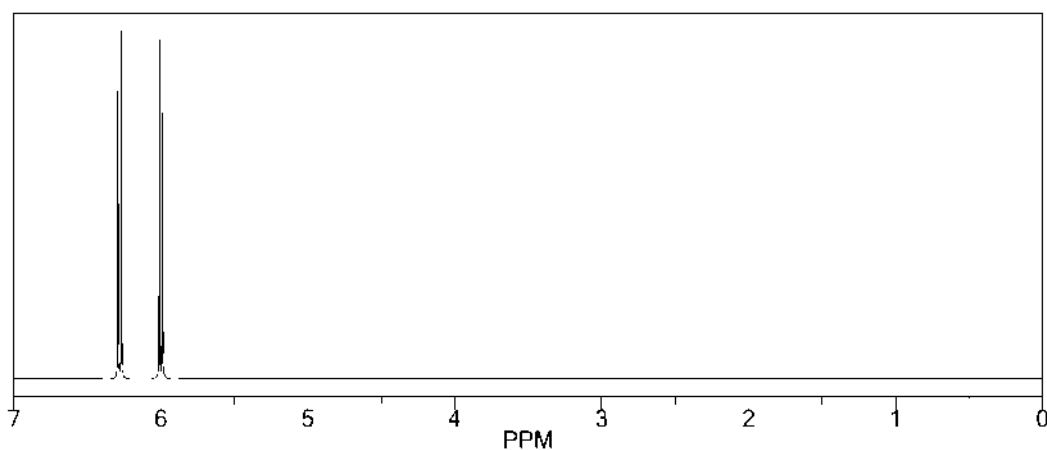
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. XCH_2CHX_2 2. $\text{CH}_3\text{-CHX}_2$ 2. $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{X}$

27. Выберите правильный ответ

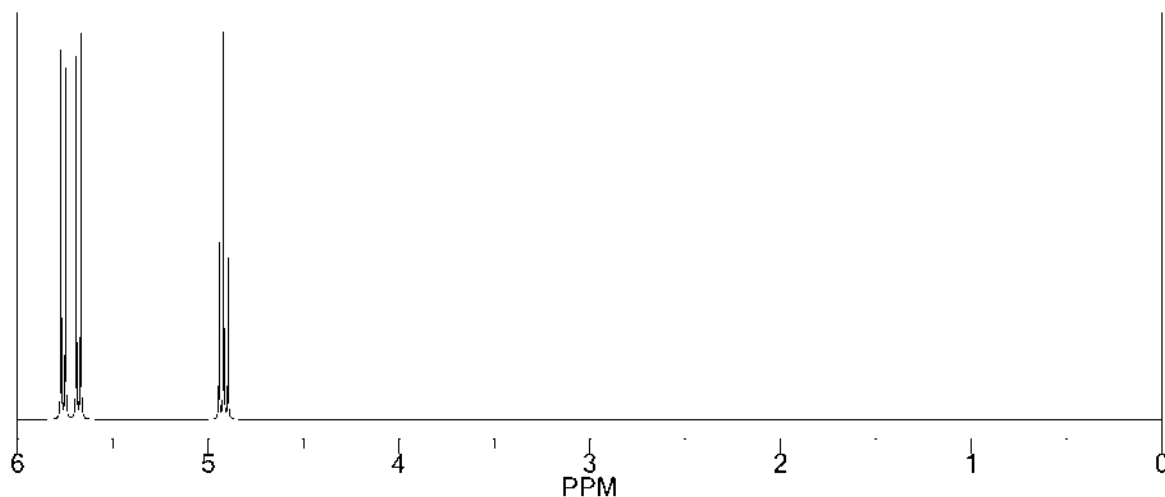
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. X_2CHCHX_2 2. $\text{YCH}_2\text{CH}_2\text{X}$ 3. $\text{X}_2\text{CHCH}_2\text{Y}$

28. Выберите правильный ответ

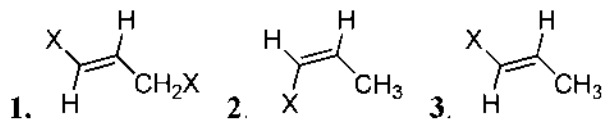
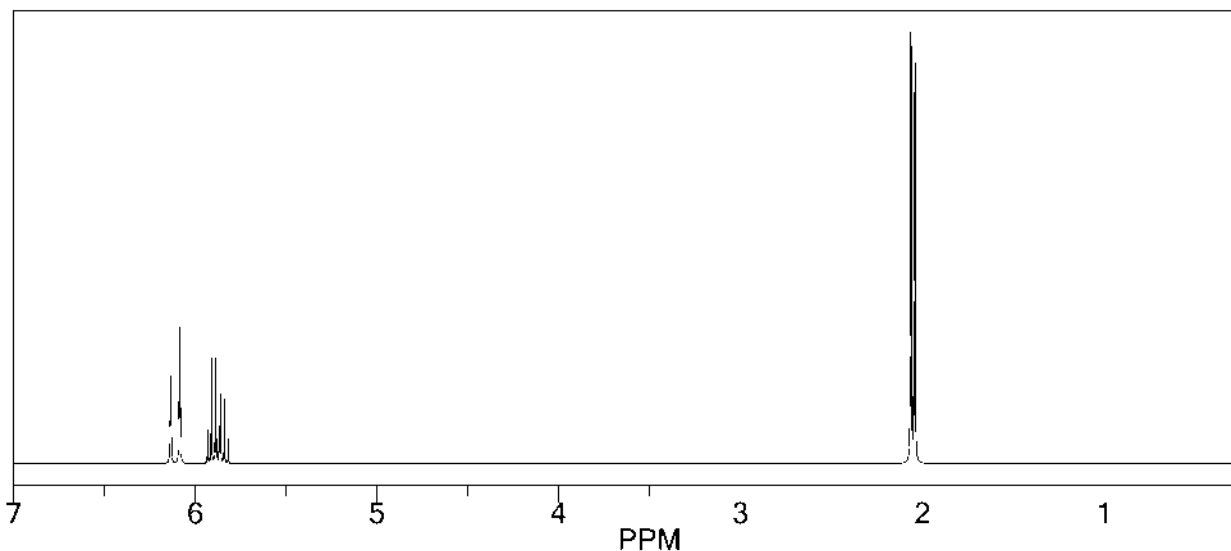
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. X_2CHCHX_2 2. XCH_2CHX_2 3. X_2CHCHY_2

29. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



**КОМПЛЕКСЫ ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ
ДЛЯ ТЕКУЩЕЙ АТТЕСТАЦИИ**

Использование активных методов обучения при изучении курса

«Спектральные методы исследования»

Активное обучение в лекционных занятиях

Варианты активного обучения могут быть использованы в лекционных

занятиях. Это должны быть короткие задания, вопросы, которые обеспечивают взаимодействие преподавателя и студента, позволяют оценить степень понимания лекционного материала.

Использование методов активного обучения:

1. Перед началом лекции следует перечислить основные понятия и определения, которые будут рассмотрены далее. После завершения объяснения материала необходимо вернуться к списку и попросить проанализировать студентов, что было рассмотрено, а что осталось за пределами лекционного материала.

В конце лекции:

2. Предложить студентам сформулировать вопрос для зачета по материалам лекции, сравнить предложенные варианты.

3. Предложить студентам составить небольшое резюме по прочитанному материалу и затем обсудить их.

4. Предложить студентам написать, что в материалах лекции было самым непонятным моментом. Предложить объяснить это понятие другим студентам.

5. Предложить студентам обменяться теми записями, которые они составили, и найти ошибки в изложении.

6. Предложить представить логическую цепочку объяснения какого-либо понятия. Сравнить полученные цепочки.

7. Предложить студентам написать вопросы, на которые были даны ответы в лекции.

8. Стратегия десять-две:

Преподаватель предлагает новую информацию в течение 10 минут, затем останавливается на две минуты и предлагает студентам обменяться сложившимися у них понятиями на основе предложенного материала, заполнить возникшие пробелы в понимании информации путем общения между собой.

9. Студентам дается несколько минут для того, чтобы написать комментарии к лекции, которые преподаватель может использовать при подготовке к следующему занятию. Можно предложить следующие вопросы:

- Что было самым важным в предложенной лекции?
- Что было самым неожиданным?
- Что было самым интересным?
- Что было самым непонятным?

Вопросы для собеседования и темы для дискуссий
по дисциплине _Спектральные методы исследования _

**Раздел 1. Введение. Обзор спектральных методов исследования.
Метод ядерного магнитного резонанса.**

Тема 1. Введение. Обзор важнейших спектральных методов исследования

1. *На чем основаны все физико-химические методы исследования вещества?*
2. Ядерный гамма-резонанс.
Какие параметры вещества можно исследовать с помощью этого метода?
3. Рентгено-структурный анализ.
Какие параметры вещества можно исследовать с помощью этого метода?
4. Методы оптической спектроскопии (электронная, колебательная, комбинационного рассеяния).
Какие параметры вещества можно исследовать с помощью этих методов?
5. Микроволновая спектроскопия.
Какие параметры вещества можно исследовать с помощью этого метода?
6. Масс-спектрометрия.
Какие параметры вещества можно исследовать с помощью этого метода?
7. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса.
Какие параметры вещества можно исследовать с помощью этого метода?
8. Спектроскопия электронного парамагнитного резонанса.
Какие параметры вещества можно исследовать с помощью этого метода?

**Тема 2. Ядерный магнитный резонанс. Теоретические основы.
Особенности эксперимента ЯМР.**

1. Основы теории ЯМР-спектроскопии.
В чем суть ядерного магнитного резонанса?
2. Спиновое состояние ядер, поведение магнитного момента во внешнем магнитном поле.
*Какие спиновые состояния ядер вам известны?
Что происходит с ядрами, обладающими магнитным моментом во внешнем магнитном поле?*

3. Магнитные свойства ядер. Эффект Зеемана.

В чем состоит эффект Зеемана?

4. Уравнение резонанса. Резонанс в макроскопическом объеме.

Случай непопадения в резонанс.

Как прокомментировать уравнение резонанса и в каком случае происходит непопадение в резонанс?

5. Ситуация нескольких магнитных моментов. Спиновое эхо.

Уравнение Блоха.

В чем заключается эффект спинового эха?

Что описывает уравнение Блоха?

6. Спектр. Продольная релаксация. Поперечная релаксация. Время релаксации. Механизмы релаксации.

Какие виды спин-решеточной релаксации вы знаете?

7. Скалярное взаимодействие. Инвариантность мультиплетности.

В чем состоит инвариантность мультиплетности?

8. Номенклатура спиновых систем. Двухспиновые системы АВ и АХ.

Какие параметры спектра учитываются при определении спиновой системы?

9. Скалярное взаимодействие с квадрупольными ядрами.

В чем заключается квадрупольный эффект и в каких случаях он используется?

10. Ядерный эффект Оверхаузера.

Что такое ЯЭО и в каких случаях он используется?

Тема 3. Ядерный магнитный резонанс. Спектроскопия ЯМР на ядрах ^1H , ^{13}C .

1. Соотношение сигнал/шум. Операции с ССИ. Аподизация. Линейное предсказание. Дополнение нулями.

Какие параметры обработки спектров наиболее важны?

2. Методология обработки спектра.

В чем состоит последовательность действий по обработке спектра?

3. Понятие об основных параметрах: химический сдвиг, единицы измерения хим. сдвигов, константы спин-спинового взаимодействия (КССВ).

Какие параметры спектра ЯМР вы знаете?

4. Интенсивность сигналов.

Какую информацию несет интенсивность сигналов?

5. Внутренние и внешние стандарты.

Что используется в качестве внутренних и внешних стандартов в ЯМР?

6. Спектр. Информация, содержащаяся в файлах, полученных на приборах фирмы Bruker.

7. Ядра ^1H . Симуляция. Экспериментальные методы спектроскопии ^1H -ЯМР.

Какие особенности экспериментальных методов спектроскопии ЯМР на ядрах ^1H вы знаете?

8. Специальные экспериментальные методы в спектроскопии ЯМР. Методы упрощения спектров, подавление, преднасыщение, двойной резонанс, сдвигающие реагенты (шифт-реагенты).

Для чего используются изученные экспериментальные методы?

9. Проблемы исследования конформаций.

Каким образом происходит конформационный анализ с помощью ЯМР?

10. Обменные процессы в спектрах ЯМР: а) внутренняя динамика органических молекул, б) межмолекулярные обменные процессы.

Для чего используются обменные процессы в спектроскопии ЯМР?

11. Ядра ^{13}C . Экспериментальные методы спектроскопии ^{13}C -ЯМР.

Какие особенности экспериментальных методов спектроскопии ЯМР на ядрах ^{13}C вы знаете?

12. Ядерный эффект Оверхаузера.

Каковы особенности использования ЯЭО в спектроскопии ЯМР ^{13}C ?

13. Спектр ^{13}C с подавлением ССВ по протонам Broad Band (BB).

Какую информацию несет спектр ^{13}C с подавлением ССВ по протонам?

14. Спектр ^{13}C с частичным подавлением ССВ по протонам (Off-resonance).

Какую информацию несет спектр ^{13}C с частичным подавлением ССВ по протонам?

15. Спектр ^{13}C без подавления ССВ.

В каком случае используется спектр ^{13}C без подавления ССВ?

16. Спектр ^{13}C J-модулированного спинового эха (JMOD).

В чем суть J-модуляции и какую информацию она несет?

17. С-Н корреляция на ближних КССВ.

В каком случае используется С-Н корреляция на ближних КССВ?

18. С-Н корреляция на дальних КССВ.

В каком случае используется С-Н корреляция на дальних КССВ?

19. Инверсная спектроскопия. С-С корреляции.

В каком случае используется С-С корреляция и инверсная спектроскопия?

Раздел 2. Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия высокого разрешения.

1. Энергетическое состояние ионов, образующихся при ионизации.
Какова зависимость интенсивности масс-пииков от стабильности осколочных ионов?
2. Принцип Франка-Кондона, адиабатический потенциал ионизации. Основное и электронно-возбужденные состояния молекулярного иона.
Чем отличаются основное и электронно-возбужденные состояния молекулярного иона?
3. Процессы перегруппировки в масс-спектрометрии.
Какое практическое значение имеют процессы перегруппировки фрагментных ионов?
4. Метод хромато-масс-спектрометрии. Стыковка масс-спектрометра с хроматографом.
Какое преимущество дает стыковка масс-спектрометра с хроматографом?
5. Информация, получаемая в методе хромато-масс-спектрометрии.
Какая ценная информация о веществе получается в методе хромато-масс-спектрометрии?
6. Информация, получаемая в методе хромато-масс-спектрометрии.
Какая ценная информация о веществе получается в методе хромато-масс-спектрометрии?
7. Применение масс-спектрометрии для решения структурных задач органической химии.
Какие задачи решаются с помощью этого метода?
8. Методы определения содержания изотопной метки в соединениях, меченых стабильными изотопами.
В чем практическая ценность метода изотопной метки?

Раздел 3. Методы оптической спектроскопии

Тема 1. Инфракрасная спектроскопия.

1. Применение ИК-спектров для идентификации органических соединений. Структурный анализ по характеристическим частотам. Корреляционные диаграммы характеристических частот.
Какая структурная задача стоит перед ИК-спектроскопией?
2. Межмолекулярные эффекты и характеристические частоты групп. Влияние растворителя и концентрации.
Каким образом влияют растворитель и концентрация раствора на внешний вид спектра?

3. Влияние внутримолекулярных факторов на характеристические частоты групп: напряжение цикла и стерические эффекты, электронные эффекты и сопряжение, дипольное и трансаннулярное взаимодействие (эффект поля).

Какая зависимость существует между указанными параметрами и положением функциональных групп в ИК спектре?

4. Внутримолекулярная водородная связь (ВС). Различие внутри- и межмолекулярной ВС. Влияние ВС на полосы поглощения группы донора и группы акцептора протона. Оценка энергии ВС.

Каким образом с помощью ИК спектроскопии можно изучать внутримолекулярную водородную связь?

5. Качественный и количественный анализ смеси органических веществ по ИК-спектрам. Использование закона Ламберта-Бера для многокомпонентных растворов.

Как использовать ИК спектроскопию для изучения многокомпонентных растворов?

6. Количественный анализ способом эталонов. Способ калибровочной кривой.

Какие задачи количественного анализа можно решать с помощью ИК спектроскопии?

7. Метод разностных спектров.

В чем суть разностных ИК спектров?

Тема 2. Электронная спектроскопия.

1. Комбинационное рассеяние света, механизмы рассеяния квантов в стоксовой и антистоксовой областях спектра.

На чем основано явление комбинационного рассеяния?

2. Применение спектроскопии комбинационного рассеяния света для исследования строения органических молекул. Правило интенсивностей для молекул с центром симметрии.

Приведите примеры использования спектроскопии КР для решения структурных задач.

3. Аппаратура для регистрации спектров рассеяния света.

Из чего состоит принципиальная блок-схема прибора для спектроскопии КР?

4. Электронные и колебательные уровни молекул. Потенциалы ионизации молекул.

Какие параметры используются в фотоэлектронной спектроскопии?

5. Определение положения уровня Ферми и распределения электронной плотности. Изучение атомных и молекулярных орбиталей.

Какие задачи структурного анализа призвана решать фотоэлектронная спектроскопия?

Раздел 4. Комплексное использование физико-химических методов анализа.

1. Использование данных различных физико-химических методов для определения состава и строения соединений.

Перечислите последовательность применяемых методов в структурном анализе.

2. Разработка методики физико-химического анализа, позволяющего однозначно охарактеризовать соединение с предполагаемой структурой.

Какова методология использования различных физико-химических методов в структурном анализе?

Методические рекомендации, определяющие процедуры оценивания результатов освоения дисциплины при текущей проверке

Оценка устных ответов:

Отметка "Отлично"

1. Дан полный и правильный ответ на основе изученных теорий.
2. Материал понят и изучен.
3. Материал изложен в определенной логической последовательности, литературным языком.
4. Ответ самостоятельный.

Отметка "Хорошо"

- 1, 2, 3, 4 – аналогично отметке "Отлично".
5. Допущены 2-3 незначительные ошибки, исправленные по требованию учителя, наблюдалась "шероховатость" в изложении материала.

Отметка "Удовлетворительно"

1. Учебный материал, в основном, изложен полно, но при этом допущены 1-2 существенные ошибки (например, неумение применять законы и теории к объяснению новых фактов).
2. Ответ неполный, хотя и соответствует требуемой глубине, построен несвязно.

Отметка "Неудовлетворительно"

1. Незнание или непонимание большей или наиболее существенной части учебного материала.
2. Допущены существенные ошибки, которые не исправляются после уточняющих вопросов, материал изложен несвязно.

II. Оценка умения решать задачи:

Отметка "Отлично"

1. В решении и объяснении нет ошибок.
2. Ход решения рациональный.
3. Если необходимо, решение произведено несколькими способами.
4. Допущены ошибки по невнимательности (оговорки, описки).

Отметка "Хорошо"

1. Существенных ошибок нет.
2. Допущены 1-2 несущественные ошибки или неполное объяснение, или использование 1 способа при заданных нескольких.

Отметка "Удовлетворительно"

1. Допущено не более одной существенной ошибки, записи неполны, неточности.
2. Решение выполнено с ошибками в математических расчетах.

Отметка "Неудовлетворительно"

1. Решение осуществлено только с помощью учителя.
2. Допущены существенные ошибки.
3. Решение и объяснение построены не верно.

III. Оценка письменных работ:

Критерии те же. Из оценок за каждый вопрос выводится средняя итоговая оценка за письменную работу.