




МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования

«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

«СОГЛАСОВАНО»
Руководитель ОП

 Стоник В.А.
(подпись) (Ф.И.О. рук. ОП)
« 20 » сентября 2018 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Заведующий кафедрой
Биоорганической химии и биотехнологии
Для документов

Стоник В.А.
(подпись) (Ф.И.О. зав. каф.)
« 20 » сентября 2018 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ

Физические методы исследования

Специальность 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия
специализация «Медицинская химия»

Форма подготовки очная

курс 4 семестр 8
лекции 36 час.
практические занятия -/- час.
лабораторные работы 72 час.
в том числе с использованием МАО лек.12/лаб.12 час.
всего часов аудиторной нагрузки 108 час.
в том числе с использованием МАО 24 час.
самостоятельная работа 36 час.
в том числе на подготовку к экзамену -- час.
контрольные работы (количество)
зачет 8 семестр
экзамен -- семестр

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями образовательного стандарта, самостоятельно устанавливаемого ДВФУ, утвержденного приказом ректора № 1174 от 12.09.2016.

Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры органической химии ШЕН,
протокол №735 (10/18) от 17 сентября 2018 г

заведующий кафедрой органической химии М.Е. Жидков
Составитель: к.х.н., доцент кафедры органической химии Слабко О.Ю.

I. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от «_____» _____ 201 г. № _____

Заведующий кафедрой _____

(подпись)

(и.о. фамилия)

II. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от «_____» _____ 201 г. № _____

Заведующий кафедрой _____

(подпись)

(и.о. фамилия)

ABSTRACT

Specialist's degree in 04.05.01 Fundamental and Applied Chemistry
Specialization "Medical Chemistry"

Course title: «Physical methods of research».

Basic part of Block 1, 4 credits

Instructor: Slabko Oleg Yuryevich

At the beginning of the course a student should be able to:

- The ability to abstract thinking, analysis, synthesis (GC-1).
- The ability to perceive, to develop and use the theoretical foundations of traditional and new sections of chemistry in solving professional problems (GPC-1).
- The proficiency chemical experiment, the main synthetic and analytical methods of preparation and research chemicals and reactions (GPC-2).

Learning outcomes:

- Ability to perceive, develop and use theoretical bases of traditional and new sections of chemistry at the solution of professional tasks (GPC-1).
- The proficiency of use of the modern equipment when carrying out scientific research (SPC-2).
- Readiness to present the results received in researches in the form of reports and scientific publications (bench reports, papers and articles in the periodic scientific press) (SPC-7).

Course description: one of the major tasks by training chemists is carrying out scientific researches in the different directions them specialization. Level of researches and value of the received results are directly connected with correctness of the choice and application of complex of modern physical methods which can help at the solution of the chemical and physical and chemical problems put before the researcher.

Content of discipline covers circle of the questions connected with wide use in chemical researches of achievements of physics and its new methods. The arsenal of modern physical methods in chemistry is so extensive that systematic studying of the theoretical principles of these methods and their practical use is required.

The greatest attention in course "Physical methods of research" is given to widely used nuclear magnetic resonances methods - IR - and UV-spectroscopy, mass spectrometry. Students are given basic knowledge on method bases at lectures, the most widespread techniques of the analysis understand, the main approaches for interpretation of spectral data are given. During seminar occupations students sort standard tasks of varying complexity, learn to determine structure of organic compounds by the available spectral data.

Main course literature:

1. Krishtafovich V. I., Krishtafovich D. V., Eremeeva N. V. Fiziko-khimicheskiye metody issledovaniya: uchebnik dlya vuzov [Physical-chemical methods of the research: Manual for HPA]. - Moskva: Dashkov & K°, Lan', 2015. - 208 p. (rus) – Access: <https://lib.dvfu.ru:8443/lib/item?id=chamo:786050&theme=FEFU>.

2. Silverstine R., Vebster F., Kiml D. Spektrometricheskaya identifikatsiya organicheskikh soedinenii [Spectrometric identification of organic compounds]. - Moskva: Binom. Laboratoriya znaniy, 2012. – 557 p. (rus) – Access: <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:668036&theme=FEFU>

3. Vasil'eva V. I., Stoyanova O. F., Shkutina I. V., Karpov S. I. Spektral'nyye metody analiza. Prakticheskoye rukovodstvo: uchebnoye posobiye [Spectral methods of analysis. Tutorial]. - SPb: Lan', 2014. – 416 p. (rus) – Access: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=50168

4. Lebuhev V. I., Okara A. I., Pavluchenkova L. P. Fiziko - khimicheskiye metody issledovaniaya: uchebnik dlya vysshego professional'nogo obrazovaniya [Physical-chemical methods of the research: textbook for higher professional education]. - SPb: Lan', 2012. – 480 p. (rus) – Access: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=4543

5. Bond A.M., Intselt D., Komorski-Lovrich et al. Electroanaliticheskie metody. Teoriya i praktika [Electroanalytical methods. Theory and practice]. – M.: BINOM, Laboratoriya znaniy, 2012. – 326 p. (rus) – Access:

<https://lib.dvfu.ru:8443/lib/item?id=chamo:253266&theme=FEFU>

6. Kharitonov, Yu. Ya. Analiticheskaya khimiya. Analitika 2. Kolichestvennyy analiz. Fiziko-khimicheskiye (instrumental'nyye) metody analiza : uchebnik [Analytical Chemistry. Analytics 2. Quantitative analysis. Physico-chemical (instrumental) methods of analysis: textbook] - M. : GEOTAR-Media, 2014. – 656 p. (rus) – Access:

<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429419.html>

7. Kharitonov Yu.Ya., Dzhabarov D.N., Grigor'yeva V.Yu. Analiticheskaya khimiya. Kolichestvennyy analiz. Fiziko-khimicheskiye metody analiza: praktikum: uchebnoye posobiye. [Analytical chemistry. Quantitative analysis. Physicochemical methods of analysis: a workshop: a textbook] - M. : GEOTAR-Media, 2012. – 368 p. (rus) – Access: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970421994.html>

Form of final knowledge control: pass-fail exam.

Аннотация к рабочей программе дисциплины «Физические методы исследования»

Рабочая программа учебной дисциплины «Физические методы исследования» предназначена для студентов специальности 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия, специализация «Медицинская химия» в соответствии с ФГОС ВО по данному направлению. Входит в базовую часть профессионального цикла учебного плана Б1.Б.09.11. Дисциплина включает 36 часов лекций, 72 часов лабораторных занятий и 36 часа самостоятельной работы, завершается зачетом. Реализуется в 8 семестре.

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

Дисциплина «Физические методы исследования» логически и содержательно связана с такими курсами, как «Органическая химия», «Физическая химия», «Аналитическая химия», и др. Знания, полученные в курсе «Физические методы исследования», используются при изучении ряда специальных дисциплин, например таких, как «Органический синтез», «Физическая химия», «Биоорганическая химия», а также при подготовке дипломной работы.

Наибольшее внимание в курсе «Физические методы исследования» уделено широко используемым методам ЯМР-, ИК- и УФ-спектроскопии, масс-спектрометрии. На лекциях студентам даются базовые знания по основам метода, разбираются наиболее распространенные методики анализа, даются основные подходы для интерпретации спектральных данных. Во время семинарских занятий студенты разбирают типовые задачи различной сложности, учатся определять по имеющимся спектральным данным строение органических соединений.

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

Задачи:

1. Формирование принципиальных основ, практических возможностей и ограничений важнейших для химиков физических методов исследования;

2. Ознакомление с аппаратурным оснащением и условиями проведения эксперимента;

3. Формирование знаний интерпретации и грамотной оценки спектральных данных, в том числе публикуемых в научной литературе;

4. Формирование оптимального выбора методов для решения поставленных задач и заключения на основании анализа и сопоставления всей совокупности имеющихся данных.

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

- Способность к абстрактному мышлению, анализу, синтезу (ОК-1).
- Способность воспринимать, развивать и использовать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1).
- Владение навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций (ОПК-2).

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

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
Способность воспринимать, развивать и использовать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1)	Знает	▪ теоретические основы традиционных и новых разделов химии
	Умеет	▪ воспринимать и развивать теоретические основы разделов химии при решении профессиональных задач
	Владеет	▪ способностью применять и использовать изученные основные разделы химии в решении профессиональных задач
Владение навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований (ПК-2)	Знает	▪ устройство приборов и предназначение отдельных узлов современной аппаратуры; ▪ методики проведения измерительного эксперимента на современной аппаратуре
	Умеет	▪ осуществить выбор соответствующего физико-химического метода исследования в зависимости от структуры вещества и поставленной задачи; ▪ пользоваться справочными данными и базами данных, включая базы данных в сети Интернет, для анализа и интерпретации спектральных данных

	Владеет	<ul style="list-style-type: none"> ▪ навыками использования современной аппаратуры для физико-химического анализа; ▪ методами подготовки анализируемого образца для каждого метода
Готовность представлять полученные в исследованиях результаты в виде отчетов и научных публикаций (стендовых докладов, рефератов и статей в периодической научной печати) (ПК-7)	Знает	<ul style="list-style-type: none"> ▪ основные правила оформления письменных работ: стендовых докладов, рефератов и статей в периодической научной печати;
	Умеет	<ul style="list-style-type: none"> ▪ оформлять полученные в исследованиях результаты в виде отчетов и научных публикаций;
	Владеет	<ul style="list-style-type: none"> ▪ способностью представлять полученные результаты исследований в виде отчетов, стендовых докладов, рефератов и научных статей.

Для формирования вышеуказанных компетенций в рамках дисциплины «Физические методы исследования» применяются следующие методы активного/интерактивного обучения: лекции-беседы, проблемные лекции, групповой разбор спектральных задач.

I. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА (36 час.)

Раздел 1. Введение. Обзор физических методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса (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 (10 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.

Раздел 2. 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 3. Методы оптической спектроскопии (8 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.

Раздел 4. Комплексное использование физико-химических методов анализа (2 час.)

Тема 1. Определение состава и строения соединений (1 час.)

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

Тема 2. Анализ состава многокомпонентной системы. (1 час.)

Разработка методики физико-химического анализа, позволяющего однозначно охарактеризовать соединение с предполагаемой структурой. Анализ состава многокомпонентной системы.

II. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ПРАКТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

Лабораторные работы (72 час.)

Лабораторные работы 1-5. Принципы использования метода ЯМР в установлении строения органических соединений (20 час.)

Ознакомление студентов с принципами решения задач по ядерному магнитному резонансу (расчету параметров спектра, отнесения резонансных сигналов, сборка молекулы по структурным фрагментам). Самостоятельное решение задач по спектроскопии протонного магнитного резонанса.

Анализ спектров ЯМР ^{13}C . Определение параметров спектров.

Лабораторная работа 6 (4 час.). Контрольная работа №1 «Спектроскопия ЯМР ^1H ».

Контроль знаний по основам метода ЯМР ^1H .

Лабораторные работы 7-11. Использование метода масс-спектрометрии в структурном анализе (20 час.)

Задачи по определению элементного состава соединения по масс-спектру низкого и высокого разрешения. Анализ масс-спектров смеси соединений. Расчет содержания изотопной метки. Задачи по определению строения неизвестного соединения по его масс-спектру.

Работа с хромато-масс-спектрограммами, записанными на хромато-масс-спектрометре Agilent 6890N с масс-анализатором Agilent 5973N: выяснение

количественного и качественного состава анализируемого образца. Самостоятельное решение задач.

Лабораторная работа 12. Контрольная работа №2 «Использование методов ЯМР и масс-спектрометрии в структурном анализе» (4 час.).

Контроль знаний по методам масс-спектрометрии и ЯМР ^1H и их совместному использованию.

Лабораторные работы 13-16. Методы оптической спектроскопии в структурном анализе (16 час.).

Знакомство с корреляционными таблицами частот в колебательных спектрах и их приложением к интерпретации спектров. Решение задач по интерпретации: ИК-спектров с помощью корреляционных таблиц. Решение индивидуальных задач по интерпретации ИК-спектров. Установление строения неизвестных соединений по их ИК-спектрам.

Вычисление длины волны, волнового числа и коэффициента молярной экстинкции из УФ-спектров. Закон Ламберта-Бера. Решение задач по использованию УФ-спектров в структурных исследованиях. Решение задач на правило Вудворда-Физера. Влияние сопряжения, замещения, растворителя, процессов протонирования-депротонирования на УФ-спектры.

Комплексное использование физических методов для решения структурных задач.

Лабораторная работа 17. Контрольная работа №3 «Комплексное использование физических методов в структурном анализе» (4 час.).

Контроль знаний по комплексному использованию физических методов в структурных исследованиях.

Лабораторная работа 18. Итоговое тестирование (4 час.).

Итоговое тестирование и собеседование по всему материалу. Зачетные мероприятия.

III. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ.

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся по дисциплине «Физические методы исследования» представлено в Приложении 1 и включает в себя:

план-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине, в том числе примерные нормы времени на выполнение по каждому заданию;

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

критерии оценки выполнения самостоятельной работы.

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 1. Введение. Обзор физических методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса Тема 1. Обзор важнейших физметодов исследования	ПК-7	Знает	Проверка готовности к лабораторному занятию №1,2. Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1, 2
			Умеет	Проверка готовности к занятию №1,2 с помощью фонда тестовых заданий (ПР -1). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 3, 4
			Владеет	Проверка представлений о связи между физметодами и структурой веществ с помощью тестового контроля (ПР-1).	Вопросы к зачету №№ 3-6
2.	Раздел 1. Введение. Обзор физических методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса Тема 2. Ядерный магнитный резонанс. Теоретические основы. Особенности эксперимента ЯМР. Тема 3. Ядерный магнитный резонанс. Спектроскопия ЯМР на ядрах ¹ H, ¹³ C. Раздел 2. Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия высокого разрешения. Раздел 3. Методы оптической спектроскопии.	ПК-2	Знает	Проверка готовности к практическим занятиям №№3-5, 7-11 (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 8, 11, 13-16, 19, 21, 22, 27-29, 34, 37, 38, 40, 43, 47, 48
			Умеет	Групповой разбор задач. (УО-4).	Вопросы к зачету №№ 12, 17, 18, 24-26, 31-33, 41, 45, 49
			Владеет	Выполнение контрольной работы на занятиях 6,12 (ПР-2). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№7, 9, 10, 20, 23, 30, 35, 36, 39, 42, 44, 46
3.	Раздел 4. Комплексное использование физико-химических методов анализа.	ОПК-1	Знает	Проверка готовности к лабораторным занятиям №№13-16 (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 3, 12, 17, 18, 32, 34-37, 45, 46, 49
			Умеет	Групповой разбор задач (УО-4).	Вопросы к зачету №№ 3, 12, 17, 18, 32, 34-37, 45, 46, 49
			Владеет	Выполнение контрольной работы на занятии 17 (ПР-2).	Вопросы к зачету №№ 3, 12, 17, 18,

				Итоговый тест на занятии 18 (ПР-1). Собеседование (УО-1).	32, 34-37, 45, 46, 49
--	--	--	--	--	-----------------------

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 Приложении 2.

V. СПИСОК УЧЕБНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Основная литература:

1. Криштафович, В. И. Физико-химические методы исследования : учебник для вузов / В. И. Криштафович, Д. В. Криштафович, Н. В. Еремеева.- М.: Дашков и К°, 2018 - 208 с.
<https://lib.dvfu.ru:8443/lib/item?id=chamo:786050&theme=FEFU>.

2. Васильева, В. И. Спектральные методы анализа. Практическое руководство. Учебное пособие / В. И. Васильева, О. Ф. Стоянова, И. В. Шкутина., С. И. Карпов. - СПб: Лань, 2014. - 416 с.
<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:769981&theme=FEFU>
http://e.lanbook.com/books/element.php?p11_id=50168

3. Лебухов, В. И. / Физико-химические методы исследования. Учебник для ВПО / В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова. - СПб: Лань, 2012.- 480с. Доступно по адресу: http://e.lanbook.com/books/element.php?p11_id=4543

5. Бонд, А.М. Электроаналитические методы. Теория и практика / А.М. Бонд, Д. Инцельт, Ш. Коморски-Ловрич, Р. Дж. Комптон, М. Ловрич, Х. Лозе, Ф. Маркен, А. Нойдек, У. Реттер, З. Стойек, Д. А. Фидлер, Ф. Шольц // Под ред. Ф. Шольца. Пер. с англ. под ред. В. Н. Майстренко. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. – 326 с.
<https://lib.dvfu.ru:8443/lib/item?id=chamo:253266&theme=FEFU>

6. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа : учебник / Ю. Я. Харитонов. - 6-е изд., испр. и доп. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 656 с.
<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429419.html>

7. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа: практикум: учебное пособие. Харитонов Ю.Я., Джабаров Д.Н., Григорьева В.Ю. 2012. - 368 с.: ил.
<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970421994.html>

Дополнительная литература.

1. Браун, Д. Спектроскопия органических веществ / Д. Браун, А. Флойд, М. Сейнбери. – М.: Мир, 1992. – 300 с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:37790&theme=FEFU>

2. Миронов, В. А. Спектроскопия в органической химии / В. А.Миронов, С. А. Янковский. – М.: Химия, 1985. – 230 с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:52139&theme=FEFU>

**Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети
«Интернет».**

1. <http://e.lanbook.com/>
2. <http://www.studentlibrary.ru/>
3. <http://znanium.com/>
4. <http://www.nelbook.ru/>

Перечень информационных технологий и программного обеспечения.

Платформа электронного обучения Blackboard ДВФУ.

https://bb.dvfu.ru/webapps/blackboard/content/listContentEditable.jsp?content_id=159746_1&course_id=4968_1

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 «Физические методы исследования».

Регулярность – первое условие поисков более эффективных способов работы. Рекомендуется выбрать день/дни недели для регулярной подготовки по дисциплине «Физические 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.

Алгоритм изучения дисциплины

В начале курса проводится интенсивное введение в предмет. Лабораторные занятия начинаются с 10-й недели. По мере чтения лекционного материала, студентам предлагаются задачи различной сложности по разным физико-химическим методам анализа. Особенностью курса является то, что решаемые студентом задачи охватывают не только текущую, разбираемую в настоящее время на лекциях тему, но и все предыдущие. Так, при прохождении темы по колебательной спектроскопии задачи могут содержать информацию по масс-спектрометрии и/или по спектроскопии ЯМР.

Перед каждой лабораторной работой преподаватель проводит опрос студентов, который может проходить и в форме дискуссии преподавателя со студентами, в ходе которых каждый из участников – студенты или преподаватель имеют право задавать вопросы и участвовать в анализе разбираемой задачи. Таким образом, реализуется интерактивная форма обучения.

Самостоятельная работа студентов заключается в изучении лекционного материала с помощью учебных пособий и платформы электронного обучения Blackboard ДВФУ, а также в самостоятельной подготовке к семинарам, контрольным работам и тестам.

Формой текущего контроля при прохождении дисциплины «Физические методы исследования» является контроль посещаемости занятий, написание тестов и контрольных работ.

Для того, чтобы быть допущенным к зачету, студент должен выполнить следующее:

- 1) в ходе прохождения дисциплины посетить не менее 50% занятий;
- 2) правильно решить не менее 60% полученных заданий тестового характера;
- 3) написать три контрольных работы.

Выполнение студентом лабораторных работ также оценивается преподавателем. Студент может получить оценку за выполнение самостоятельных мини-работ, за быстрое и правильное решение задач, поставленных преподавателем для экспериментального разрешения (по усмотрению преподавателя).

В случае выполнения вышеуказанных условий студент допускается к зачету, который проходит в форме итогового тестирования и собеседования.

В зависимости от работы в течение семестра студент имеет право на получение оценки без прохождения зачета (оценки-«автомата»). Для этого он должен:

- 1) в ходе прохождения дисциплины студент обязан посетить не менее 80% лекций и занятий;

2) обязан правильно (на положительную оценку) решить не менее 80% полученных тестовых заданий;

3) написать три контрольных работы на оценку не ниже «удовлетворительно» (с первого раза).

Учебно-методическое обеспечение дисциплины: задания для самостоятельной работы студенту выдаются в виде печатных материалов и/или в виде электронных данных. Для решения полученных задач студент может использовать любую справочную литературу, программное обеспечение, спектральные библиотеки и базы данных, доступные ему.

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.

VII. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Мультимедийная лекционная аудитория (экран проекционный SENSSCREEN ES-431150 150* настенно-потолочный моторизированный, покрытие Matte White, 4:3, размер рабочей поверхности 305*229 , проектор BenQ MW 526 E).

Учебные химические лаборатории. Химическая посуда и химические реактивы для демонстрации опытов. Наглядные пособия: периодическая система химических элементов Д.И. Менделеева, таблица растворимости, таблица окислительно-восстановительных потенциалов. Мультимедийное оборудование.

При реализации указанных видов учебной работы по курсу «Физические методы исследования» используются:

А) Приборы ЯМР, ИК, УФ-спектроскопии и масс-спектрометрии для съемки и последующей расшифровки соответствующих спектров.

Б) Компьютерные симуляторы теоретических спектров.

В) Иллюстративные материалы.

Для самостоятельной работы используется читальные залы Научной библиотеки ДВФУ с открытым доступом к фонду: Моноблок Lenovo C360G-i34164G500UDK. Интегрированный сенсорный дисплей Polymedia FlipBox.

Копир-принтер-цветной сканер в e-mail с 4 лотками Xerox WorkCentre 5330 (WC5330C). Скорость доступа в Интернет 500 Мбит/сек. Рабочие места для людей с ограниченными возможностями здоровья оснащены дисплеями и принтерами Брайля; оборудованы: портативными устройствами для чтения плоскочечатных текстов, сканирующими и читающими машинами видеоувеличителем с возможностью регуляции цветовых спектров; увеличивающими электронными лупами и ультразвуковыми маркировщиками.



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

**УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ
РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ**

**по дисциплине «Физические методы исследования»
Специальность 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия
специализация «Медицинская химия»
Форма подготовки очная**

**Владивосток
2018**

План-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине

№ п/п	Дата/сроки выполнения	Вид самостоятельной работы	Примерные нормы времени на выполнение	Форма контроля
1.	04.04-15.04.18	Подготовка к лабораторным занятиям, посвященным решению задач на применение метода ЯМР ¹ H	6 час.	Опрос/собеседование перед началом занятия (УО-1). Решение задач на применение метода ЯМР ¹ H.
2.	18.04-22.04.18	Подготовка к выполнению контрольной работы №1 «Спектроскопия ЯМР ¹ H». Подготовка к групповой дискуссии.	4 час.	Контрольная работа №1 (ПР-2). Участие в групповой дискуссии (УО-4).
3.	25.04.16-06.05.18	Подготовка к лабораторным занятиям, посвященным решению задач на использование метода масс-спектрометрии в структурном анализе. Подготовка к групповой дискуссии.	6 час.	Опрос/собеседование перед началом занятия (УО-1). Решение задач на применение метода масс-спектрометрии. Участие в групповой дискуссии (УО-4).
4.	10.05.16-13.05.18	Подготовка к выполнению контрольной работы №2 «Использование метода масс-спектрометрии в структурном анализе». Подготовка к групповой дискуссии.	4 час.	Написание и защита контрольной работы №2 (ПР-2). Участие в групповой дискуссии (УО-4).
5.	16.05-27.05.18	Подготовка к лабораторным занятиям, посвященным решению задач на комплексное использование физических методов в структурном анализе. Подготовка к групповой дискуссии.	6 час.	Опрос/собеседование перед началом занятия (УО-1). Решение задач на комплексное использование физических методов в структурном анализе. Участие в групповой дискуссии (УО-4).
6.	28.05.18-02.06.18	Подготовка к выполнению контрольной работы №3 «Комплексное использование физических методов в структурном анализе». Тестирование	4 час.	Написание и защита контрольной работы №3 (ПР-2). Тест-контроль (ПР-1)
7.	4.06.18-6.16.18	Подготовка к сдаче зачета	6 час.	Сдача зачета

Рекомендации по самостоятельной работе студентов

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

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

Самостоятельная работа включает подготовку к лабораторным работам (работа с литературой, проработка тем лекционных занятий), подготовку к собеседованиям, дискуссиям, контрольным работам и тестированию.

Самостоятельная работа может осуществляться индивидуально или группами студентов в зависимости от цели, объема, конкретной тематики самостоятельной работы, уровня сложности, уровня умений студентов.

Рекомендации по использованию материалов рабочей программы.

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

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

В методическом разделе в соответствии с учебной программой сформулированы основные вопросы лабораторных работ, научная и методическая литература, даны задания для контрольных работ и указания по их выполнению.

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.

Рекомендации по подготовке к лабораторным работам, контрольным работам 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.

Подготовка к лабораторным занятиям

Задание на дом к лабораторным занятиям № 1-5

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

Задание на дом к лабораторному занятию № 6

Просмотреть материал лекций, учебники и методические пособия, решить самостоятельно рекомендованные задачи для самостоятельного решения из учебного пособия и подготовиться к выполнению контрольной работы №1 «Спектроскопия ЯМР ^1H ».

Задание на дом к лабораторным занятиям № 7-11

Просмотреть материал лекций, доступные учебники и методические пособия к практическим занятиям и подготовиться к решению задач на применение метода масс-спектрометрии в структурном анализе.

Задание на дом к лабораторному занятию № 12

Просмотреть материал лекций, учебники и методические пособия, решить самостоятельно рекомендованные задачи для самостоятельного решения из учебного пособия и подготовиться к выполнению контрольной работы №2 «Применение метода масс-спектрометрии в структурном анализе».

Задание на дом к лабораторным занятиям № 13- 16

Просмотреть материал лекций, доступные учебники и методические пособия к практическим занятиям и подготовиться к решению задач на комплексное применение физических методов в структурном анализе.

Задание на дом к лабораторным занятиям № 17, 18

Просмотреть материал лекций, учебники и методические пособия, решить самостоятельно рекомендованные задачи для самостоятельного решения из учебного пособия и подготовиться к выполнению контрольной работы №3 «Комплексное применение физических методов в структурном анализе» и итоговому тестированию.

Контрольные задания для самопроверки

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) $v = \lambda$; 2) $\Delta v = -\Delta\lambda/\lambda^2$; 3) $v = c/\lambda$; 4) $v = 1/\lambda$.

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_v и вращательных E_r состояний молекулы?

1) $E_e > E_v > E_r$; 2) $E_v > E_r > E_e$; 3) $E_r > E_e > E_v$; 4) $E_r > E_v > E_e$.

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 аангармоничности.
- 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) $(\text{CH}_3)_2\text{CH}-\text{O}-\text{CH}(\text{CH}_3)$, $(\text{CH}_3)_3\text{C}-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_3$ и $(\text{CH}_3)_3\text{C}-\text{O}-\text{H}$
- в) $(\text{CH}_3)_2\text{CH}-\text{OH}$ и $(\text{CH}_3)_2\text{CH}-\text{O}-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
- 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 $3600-3100 \text{ см}^{-1}$. При записи спектра в разбавленном ($0,01 \text{ M}$) 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 KBr 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 $220-350\text{ нм}$ 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 $\text{C}_n\text{H}_{0,5n+3}$ (где $n = 14, 18, 22$) в электронных спектрах поглощения имеются максимумы поглощения при 380 нм ($\varepsilon \sim 7900$), 480 нм ($\varepsilon \sim 11000$) и 580 нм ($\varepsilon \sim 12600$). 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 $\text{CH}_3(\text{CH}=\text{CH})_n\text{COOH}$ (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.

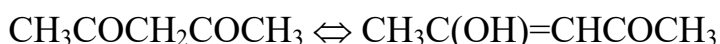
21. Какие изменения в электронном спектре поглощения циклопропанона следует ожидать после гидратации?

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.



кетто-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 C_6H_8O принадлежит электронный спектр поглощения с максимумом при 223 нм ($\epsilon = 14000$)?

- 1) $CH\equiv CCH(OH)CH_2CH=CH_2$
- 2) $CH\equiv CCH(OH)CH=CHCH_3$
- 3) $CH\equiv CCH=CH(OH)CH_3$
- 4) $CH_2=CHCH(OH)CH_2C\equiv CH$
- 5) $CH_2=CHC(CH_3)(OH)C\equiv CH$

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 C_4H_9ON 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: $(\text{CH}_3)_2\text{CHCOOCH}_3$, $\text{CH}_3\text{COOCH}(\text{CH}_3)_2$ и $\text{HCOOC}(\text{CH}_3)_3$

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. Углеводороду 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:

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

5. 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.

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.

$\text{CH}_2=\text{CHCH}=\text{CHCH}=\text{CH}_2$ и $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_4\text{C}\equiv\text{CH}$

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 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOCH}_3$

Критерии оценки выполнения самостоятельной работы.

Оценивание подготовки к лабораторным работам проводится по критериям:

- Знание терминологии физических методов;
- Полнота и качество выполненных заданий;
- Правильность оформления результатов решения спектральных задач;
- Теоретическое обоснование полученного результата;
- Отсутствие фактических ошибок, связанных с пониманием темы.

Оценивание контрольных работ и тестовых заданий проводится по следующим критериям:

1. Полнота и качество выполненных заданий;
2. Отсутствие фактических ошибок, связанных с пониманием темы.

Оценивание сдачи коллоквиумов, собеседований проводится по следующим критериям:

1. Полнота ответов на вопросы;
2. Грамотное и логическое построение речи;
3. Отсутствие фактических ошибок, связанных с пониманием темы.



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

по дисциплине «Физические методы исследования»
Специальность 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия
специализация «Медицинская химия»
Форма подготовки очная

Владивосток
2018

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

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
Способность воспринимать, развивать и использовать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1)	Знает	<ul style="list-style-type: none"> ▪ теоретические основы традиционных и новых разделов химии
	Умеет	<ul style="list-style-type: none"> ▪ воспринимать и развивать теоретические основы разделов химии при решении профессиональных задач
	Владеет	<ul style="list-style-type: none"> ▪ способностью применять и использовать изученные основные разделы химии в решении профессиональных задач
Владение навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований (ПК-2)	Знает	<ul style="list-style-type: none"> ▪ устройство приборов и предназначение отдельных узлов современной аппаратуры; ▪ методики проведения измерительного эксперимента на современной аппаратуре
	Умеет	<ul style="list-style-type: none"> ▪ осуществить выбор соответствующего физико-химического метода исследования в зависимости от структуры вещества и поставленной задачи; ▪ пользоваться справочными данными и базами данных, включая базы данных в сети Интернет, для анализа и интерпретации спектральных данных
	Владеет	<ul style="list-style-type: none"> ▪ навыками использования современной аппаратуры для физико-химического анализа; ▪ методами подготовки анализируемого образца для каждого метода
Готовность представлять полученные в исследованиях результаты в виде отчетов и научных публикаций (стендовых докладов, рефератов и статей в периодической научной печати) (ПК-7)	Знает	<ul style="list-style-type: none"> ▪ основные правила оформления письменных работ: стендовых докладов, рефератов и статей в периодической научной печати;
	Умеет	<ul style="list-style-type: none"> ▪ оформлять полученные в исследованиях результаты в виде отчетов и научных публикаций;
	Владеет	<ul style="list-style-type: none"> ▪ способностью представлять полученные результаты исследований в виде отчетов, стендовых докладов, рефератов и научных статей.

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций	Оценочные средства - наименование	
			текущий контроль	промежуточная аттестация

1.	Раздел 1. Введение. Обзор физических методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса Тема 1. Обзор важнейших физметодов исследования	ПК-7	Знает	Проверка готовности к лабораторному занятию №1,2. Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1, 2
			Умеет	Проверка готовности к занятию №1,2 с помощью фонда тестовых заданий (ПР -1). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 3, 4
			Владеет	Проверка представлений о связи между физметодами и структурой веществ с помощью тестового контроля (ПР-1).	Вопросы к зачету №№ 3-6
2.	Раздел 1. Введение. Обзор физических методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса Тема 2. Ядерный магнитный резонанс. Теоретические основы. Особенности эксперимента ЯМР. Тема 3. Ядерный магнитный резонанс. Спектроскопия ЯМР на ядрах 1H, 13C. Раздел 2. Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия высокого разрешения. Раздел 3. Методы оптической спектроскопии.	ПК-2	Знает	Проверка готовности к практическим занятиям №№3-5, 7-11 (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 8, 11, 13-16, 19, 21, 22, 27-29, 34, 37, 38, 40, 43, 47, 48
			Умеет	Групповой разбор задач. (УО-4).	Вопросы к зачету №№ 12, 17, 18, 24-26, 31-33, 41, 45, 49
			Владеет	Выполнение контрольной работы на занятиях 6,12 (ПР-2). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№7, 9, 10, 20, 23, 30, 35, 36, 39, 42, 44, 46
3.	Раздел 4. Комплексное использование физико-химических методов анализа.	ОПК-1	Знает	Проверка готовности к лабораторным занятиям №№13-16 (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 3, 12, 17, 18, 32, 34-37, 45, 46, 49
			Умеет	Групповой разбор задач (УО-4).	Вопросы к зачету №№ 3, 12, 17, 18, 32, 34-37, 45, 46, 49
			Владеет	Выполнение контрольной работы на занятии 17 (ПР-2). Итоговый тест на занятии 18 (ПР-1). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 3, 12, 17, 18, 32, 34-37, 45, 46, 49

Шкала оценивания уровня сформированности компетенций

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции		критерии	показатели
Способность воспринимать, развивать и использовать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1)	Знает	теоретические основы традиционных и новых разделов химии	Знание основных законов современной химии, теории изучаемых методов	Способность находить взаимосвязь изучаемых методов и теоретических основ современной химии
	Умеет	воспринимать и развивать теоретические основы разделов химии при решении профессиональных задач	Умение использовать теоретические основы разделов химии в решении профессиональных задач	Способность развивать теоретические основы традиционных разделов химии
	Владеет	способностью применять и использовать изученные основные разделы химии в решении профессиональных задач	Владение полным представлением о взаимосвязи изучаемых методов с современными разделами химии	Способность применять и использовать основные разделы химии в решении профессиональных задач
Владение навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований (ПК-2)	знает	принципиальное устройство приборов и предназначение отдельных узлов современной аппаратуры. методики проведения измерительного эксперимента на современной аппаратуре.	Знание основных сведений об устройстве приборов и предназначении отдельных узлов современной аппаратуры; знание основных методик проведения измерительного эксперимента на современной аппаратуре.	Способность представить принципиальную схему и пояснить предназначение основных узлов современной аппаратуры; Способность применять методики физико-химического исследования на современных приборах.
	умеет	Осуществить выбор соответствующего физико-химического метода исследования в зависимости от структуры вещества и поставленной задачи. Пользоваться справочными данными и базами данных, включая базы данных в сети Интернет, для анализа и интерпретации спектральных данных	Умение подобрать соответствующий физико-химический метод исследования в зависимости от структуры вещества и поставленной задачи; Умение пользоваться справочными данными и базами данных, включая базы данных в сети Интернет, для анализа и интерпретации спектральных данных.	Способность выбирать и использовать определенный физико-химический метод исследования в зависимости от структуры вещества и поставленной задачи; способность использовать в решении структурных задач весь объем справочных данных, а также баз данных, в том числе и сети Интернет.
	владеет	Навыками использования современной аппаратуры для физико-химического анализа; Основными способами подготовки анализируемого образца для каждого метода.	Владение полным представлением об устройстве и принципах работы приборов для физико-химического анализа;	Способность владеть полным представлением об устройстве и принципах работы приборов для физико-химического анализа; способность

			владение разнообразными способами пробоподготовки для основных изучаемых физических методов исследования; владение навыками практической работы на современном оборудовании.	использовать разнообразные способы пробоподготовки при использовании различных физических методов исследования; способность использовать любой из основных физических методов анализа на современном оборудовании для решения структурно-аналитических задач.
Владение современными компьютерными и технологиями при планировании исследований, получении и обработке результатов научных экспериментов, сборе, обработке, хранении, представлении и передаче научной информации (ПК-7)	знает	Основные современные компьютерные технологии, способы и средства получения, хранения, переработки информации; основные принципы работы с компьютером.	Знание основных методов, способов и средств получения, хранения, переработки информации; основных принципов работы с компьютером	Способность охарактеризовать основные методы, способы и средства получения, хранения, переработки информации; основные принципы работы с компьютером.
	умеет	Использовать методы, способы и средства получения, хранения, переработки информации; работать с компьютером, как средством управления информацией.	Умение использовать методы, способы и средства получения, хранения, переработки информации	Способность работать с компьютером, как средством управления информацией
	владеет	Современными компьютерными технологиями при планировании исследований, получении и обработке результатов научных экспериментов, сборе, обработке, хранении, представлении и передаче научной информации	Владение современными компьютерными технологиями при планировании исследований, получении и обработке результатов научных экспериментов, сборе, обработке, хранении, представлении и передаче научной информации;	Успешное и систематическое владение навыками работы с компьютером, как средством управления информацией

Методические рекомендации, определяющие процедуры оценивания результатов освоения дисциплины

Промежуточная аттестация студентов. Промежуточная аттестация студентов по дисциплине «Физические методы исследования» проводится в соответствии с локальными нормативными актами ДВФУ и является обязательной.

По дисциплине «Физические методы исследования» предусмотрен зачет (8 семестр). Зачет проводится в устной форме: устный опрос в форме ответов на вопросы итогового тестирования.

Перечень теоретических вопросов к зачету по дисциплине «Физические 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. Гомологические серии пиков ионов основных классов простых органических соединений.

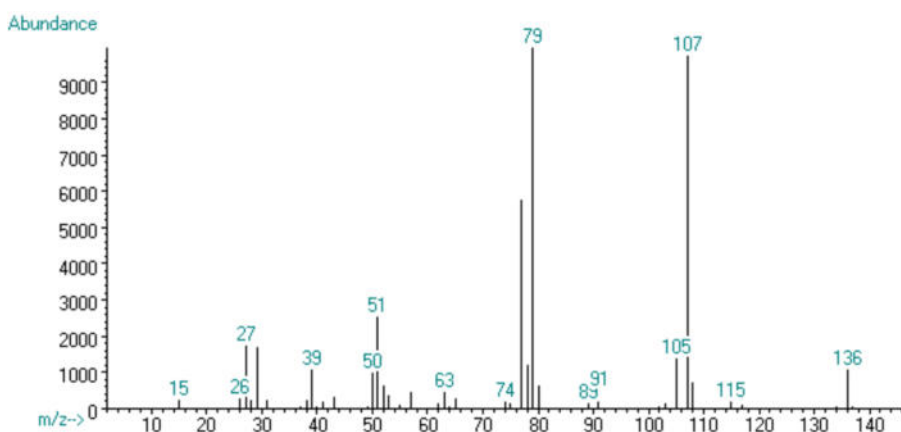
48. Перегруппировочные процессы. Перегруппировка Мак-Лафферти.

49. Качественный масс-спектрометрический анализ. Количественный хромато-масс-спектрометрический анализ. Базы данных по масс-спектрометрии.

Примеры задач:

Задача 1. По теме «Масс-спектрометрия»

Идентифицируйте соединение по масс-спектру электронного удара:

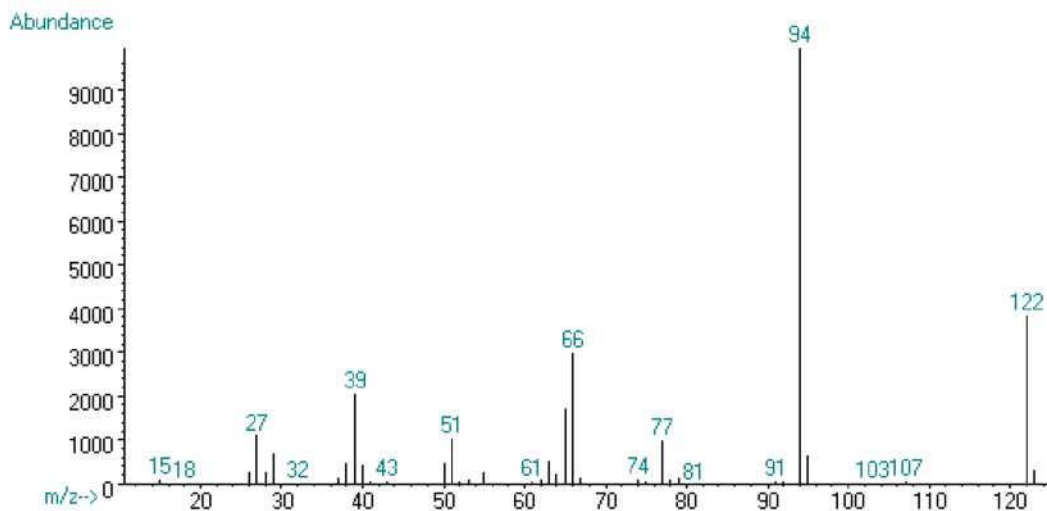


m/z	I, %	m/z	I, %	m/z	I, %	m/z	I, %	m/z	I, %
39	4.33	58	1.47	79	85.9	107	100.0	118	6.64
43	2.41	63	1.69	80	5.66	108	7.68	136	7.20
50	2.68	65	1.69	91	4.97	109	0.45	137	0.71
51	9.10	77	21.1	105	6.64	115	3.02	138	0.05
57	2.68	78	4.97	106	1.10	117	8.11		

Задача 2. По теме «Масс-спектрометрия»

На рисунке представлен масс-спектр электронного удара органического

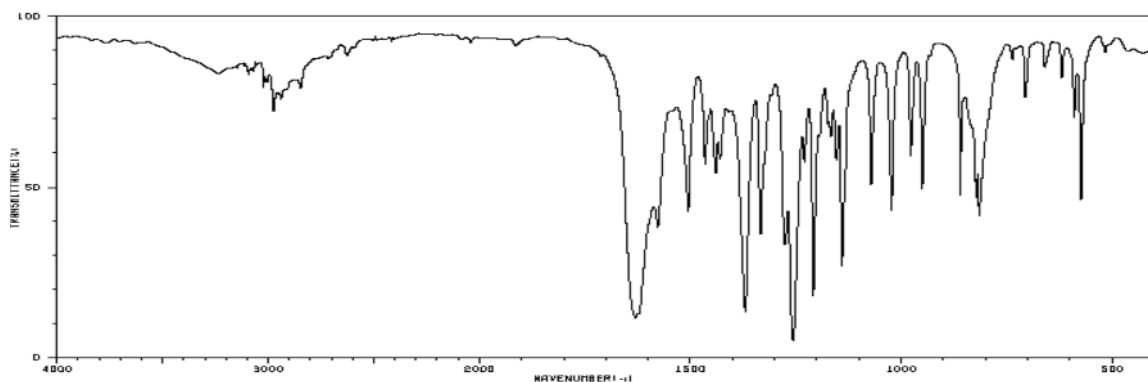
соединения. Установите, какому из перечисленных соединений принадлежит этот спектр: 1) бензойная кислота; 2) о-этилфенол; 3) о-метокситолуол; 4) п-этилфенол; 5) фенилэтиловый эфир; 6) п-толилметилвый эфир; 7) 2-фенилэтиловый спирт; 8) 1-фенилэтиловый спирт; 9) 2,4-диметилфенол; 10) 2,6-диметилфенол.



m/z	I, ед.	m/z	I, ед.	m/z	I, ед.	m/z	I, ед.	m/z	I, ед.
12	5	31	20	50	510	67	180	91	100
13	10	32	30	51	1040	68	400	92	60
14	40	37	150	52	90	69	5	94	10000
15	130	38	490	53	110	73	20	95	670
17	5	39	2070	54	20	74	140	96	40
18	20	40	470	55	280	75	70	103	20
24	5	41	60	56	5	76	5	105	10
25	30	42	50	61	70	77	1010	107	60
26	280	43	100	62	200	78	140	108	5
27	1120	44	10	63	530	7	180	119	5
28	290	45	10	64	270	80	10	122	3880
29	720	46	5	65	1720	81	5	123	330
30	30	49	50	66	3020	89	5	124	10

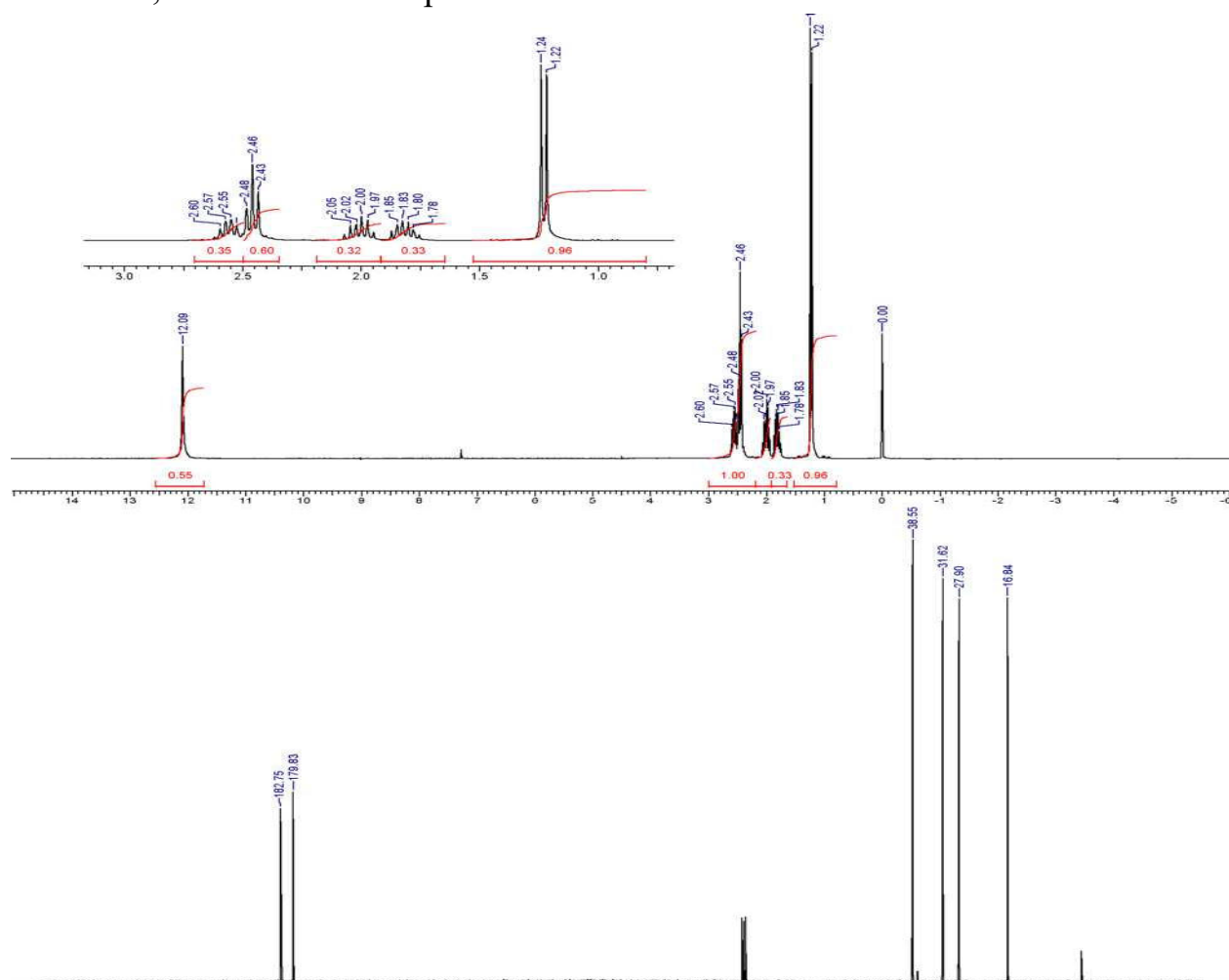
Задача 3. По теме «Колебательная спектроскопия»

Определите структуру соединения $C_9H_{10}O_3$, т.пл. $50^\circ C$. Соединение образует кристаллическое производное с 2,4-динитрофенилгидразином.



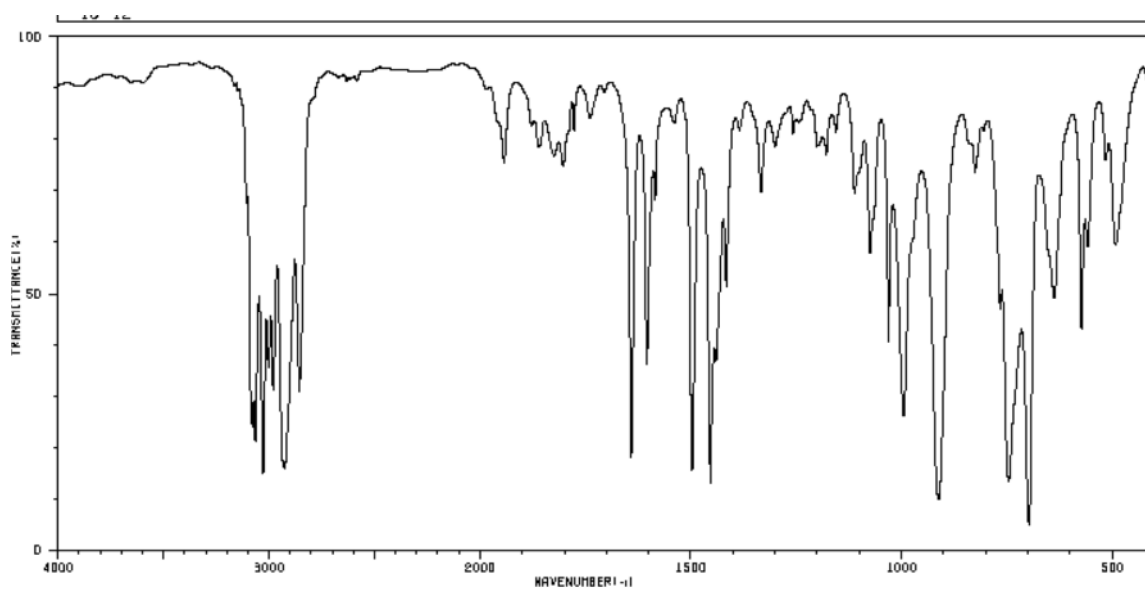
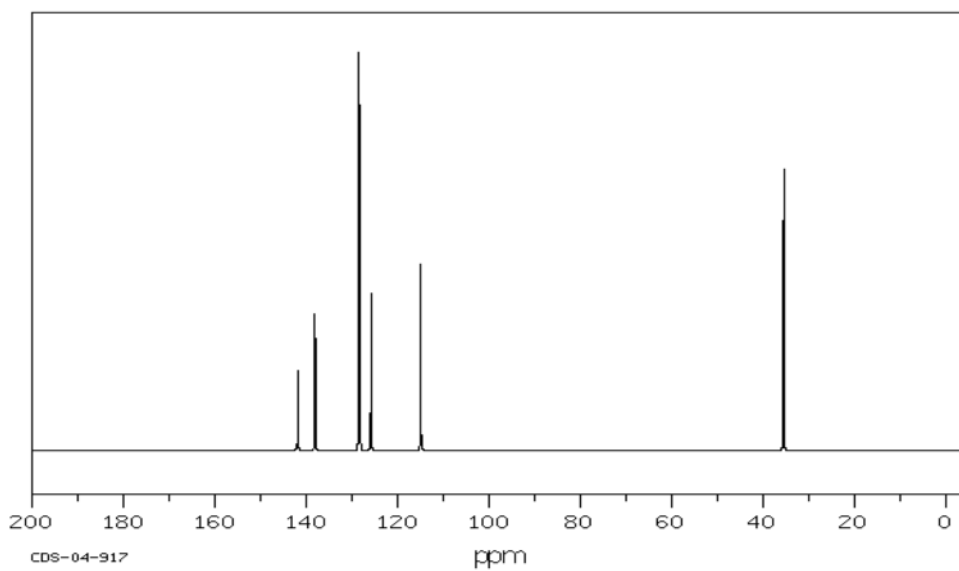
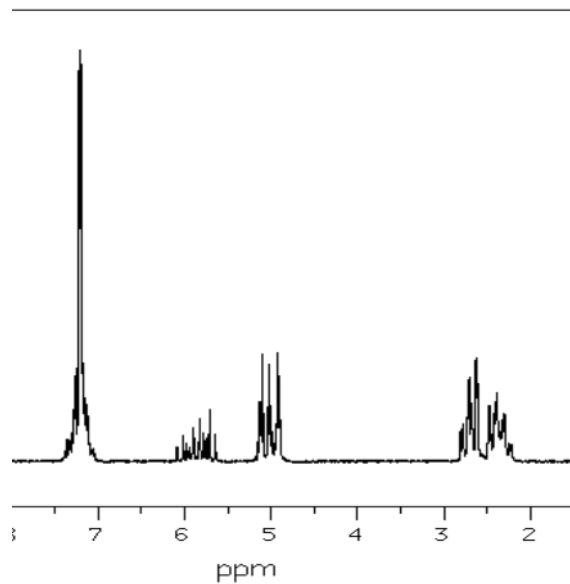
Задача 4. По теме «Спектроскопия ядерного магнитного резонанса»

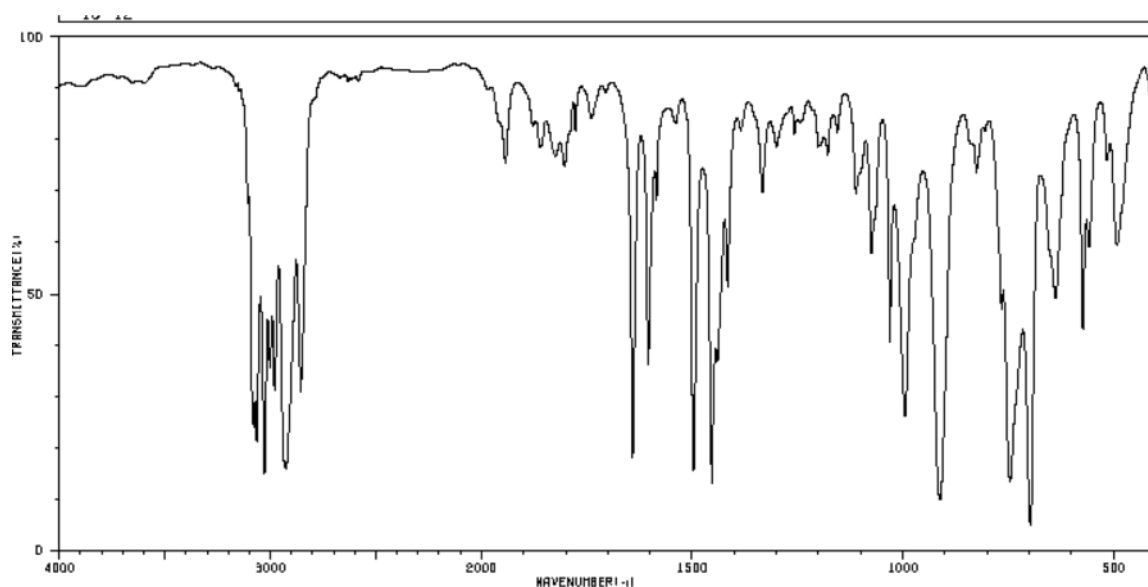
На полке с реактивами стояла старая банка с каким-то белым порошком. На потертой этикетке значилась загадочная надпись «...овая кислота». На основании спектра ЯМР определите, что это за кислота. Сделайте отнесение сигналов, объясните спектр.



Задача 5. Пример комплексной задачи, включающей различные физико-химические методы анализа.

Определить строение соединения состава $C_{10}H_{12}$





**Критерии выставления оценки студенту на зачёте по дисциплине
«Физические методы исследования»:**

Баллы	Оценка зачета	Требования к сформированным компетенциям
100-86	«отлично»	Оценка «отлично» выставляется студенту, если он глубоко и прочно усвоил программный материал, исчерпывающе, последовательно, четко и логически стройно его излагает, умеет тесно увязывать теорию с практикой, свободно справляется с задачами, вопросами и другими видами применения знаний, причем не затрудняется с ответом при видоизменении заданий, использует в ответе материал монографической литературы, правильно обосновывает принятое решение, владеет разносторонними навыками и приемами выполнения практических задач.
85-76	«хорошо»	Оценка «хорошо» выставляется студенту, если он твердо знает материал, грамотно и по существу излагает его, не допуская существенных неточностей в ответе на вопрос, правильно применяет теоретические положения при решении практических вопросов и задач, владеет необходимыми навыками и приемами их выполнения.
75-61	«удовлетворительно»	Оценка «удовлетворительно» выставляется студенту, если он имеет знания только основного материала, но не усвоил его деталей, допускает неточности, недостаточно правильные формулировки, нарушения логической последовательности в изложении программного материала, испытывает затруднения при выполнении практических работ.
60-50	«неудовлетворительно»	Оценка «неудовлетворительно» выставляется студенту, который не знает значительной части программного материала, допускает существенные ошибки, неуверенно, с большими затруднениями выполняет практические работы. Как правило, оценка «неудовлетворительно» ставится студентам, которые не могут продолжить обучение без дополнительных занятий по соответствующей дисциплине.

Текущая аттестация студентов. Текущая аттестация студентов по дисциплине «Физические методы исследования» проводится в соответствии с локальными нормативными актами ДВФУ и является обязательной.

Текущая аттестация по дисциплине «Физические методы исследования» проводится в форме контрольных мероприятий (собеседования, тест-контроля, выполнения контрольных работ) по оцениванию фактических результатов обучения студентов и осуществляется преподавателем. Объектами оценивания выступают:

- учебная дисциплина (подготовленность к занятиям, активность на занятиях, посещаемость всех видов занятий по дисциплине);
- степень усвоения теоретических знаний;
- уровень овладения практическими умениями и навыками;
- результаты самостоятельной работы.

Критерии оценки знаний умений и навыков при текущей проверке

I. Оценка устных ответов:

Оценка "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.

Оценка "Хорошо"

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

Оценка "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.

Оценка "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 ситуационные задачи:

Оценка "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).

Оценка "Хорошо"

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

Оценка "Удовлетворительно"

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

Оценка "Неудовлетворительно"

1. Решение осуществлено только с помощью преподавателя.
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.

Перечень оценочных средств

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. Групповая дискуссия (УО-4) (Групповая дискуссия – рассмотрение, анализ различных позиций, точек зрения ученых на содержание той или иной проблемы, концепции выбора путей практической реализации стоящих перед обучающимися задач.) - Тема, вопросы для обсуждения. Задания для подготовки.
3. Зачет (Средство промежуточного контроля) – Вопросы к зачету.

Комплексы оценочных средств для текущей аттестации

Вопросы для собеседования и темы для дискуссий по дисциплине «Физические методы исследования»

Раздел 1. Введение. Обзор физических методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса.

Тема 1. Введение. Обзор важнейших физметодов 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-пиков 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?

Вопросы и задачи, разбираемые со студентами на лабораторных занятиях

Занятие 1, 2. Принципы использования метода ЯМР в установлении строения органических соединений.

Ознакомление студентов с принципами решения задач по ядерному магнитному резонансу (расчету параметров спектра, отнесения резонансных сигналов, сборка молекулы по структурным фрагментам). Самостоятельное решение задач по спектроскопии протонного магнитного резонанса.

Анализ спектров ЯМР ^{13}C . Определение параметров спектров.

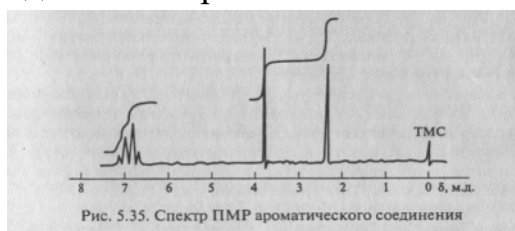
Вопросы студентам:

1. Что представляет собой спектр ЯМР?
2. Какие основные параметры спектра ЯМР ^1H вы знаете?
3. От чего зависит местоположение сигнала в спектре ЯМР ^1H ?
4. Что такое химический сдвиг и какую информацию о строении молекулы он дает?
5. Что такое интегральная кривая и какую информацию о строении молекулы она дает?
6. Что такое спин-спиновое взаимодействие и какую информацию дает мультиплетность сигнала?
7. Какую информацию дает величина КССВ о строении молекулы и каких видов она бывает?
8. Что называют спектром первого порядка и какие спиновые системы вы знаете?
9. Какую информацию можно получить из спектра ЯМР ^{13}C ?
10. Какие методы редактирования спектров ЯМР ^{13}C вам известны?

Примеры задач:

1. Укажите, как на основании спектров ПМР бензола, толуола и *n*-ксилола различить эти углеводороды.

2. На основании химических сдвигов и характера расщепления сигналов укажите, как с помощью спектроскопии ПМР различить соединения в следующих группах: а) бензол, толуол, кумол; б) диметиловый эфир, диэтиловый эфир, ацетон, бутанон.
3. Укажите, с помощью каких параметров спектров ПМР можно различить уксусную, пропионовую, масляную, изомасляную и бензойную кислоты.
4. Какому соединению – анизолу (*n*-метоксибензолу), *n*-метиланизолу или *n*-диметоксибензолу – принадлежит спектр ПМР, приведенный на рис. 5.35.



5. Установите структуру соединения состава C_7H_8O , в спектре ПМР которого содержатся следующие синглеты (м.д.): 4.4 (2H), 4.8 (1H), 7.2 (5H).
6. Спектр ПМР 1,3,5-триоксациклогексана при $35^\circ C$ состоит из синглета, а при $-85^\circ C$ из квартета (спиновая система АВ) с $J = 12$ Гц. В спектре ЯМР ^{13}C того же соединения содержится только триплет ($J=162$ Гц) при $35^\circ C$ и дублет дублетов при $-85^\circ C$.
7. Нарисуйте спектр ПМР и интегральную интенсивность для соединения $Ph-CH_2-CH(CN)COOH$, $\nu_0 = 100$ МГц, $J_{HH} = 5$ Гц.
8. Для спиновой системы AM_2X начертите спектр ПМР на миллиметровой бумаге, используя графический прием: $\nu_0 = 40$ МГц, $\delta_A = 4.40$ м.д., $\delta_M = 6.30$ м.д., $\delta_X = 8.90$ м.д.; $J_{AM} = 20$ Гц, $J_{MX} = 12$ Гц, $J_{AX} = 14$ Гц. Масштаб: 2 Гц – 1 мм, 1 ед. интенсивности – 5 мм.
9. Будет ли спектр системы AX спектром первого порядка, если он снят на приборе с рабочей частотой 100 МГц, $\delta_A = 5.54$ м.д., $\delta_X = 9.16$ м.д., $J_{AX} = 12$ Гц.
10. Установите структуру соединения $C_5H_{10}O_2$ по спектру ПМР, который содержит дублет при $\delta = 1.05$ м.д., синглет при $\delta = 1.95$ м.д. и септет при $\delta = 4.85$ м.д.

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

Задачи по определению элементного состава соединения по масс-спектру низкого и высокого разрешения. Анализ масс-спектров смеси

соединений. Расчет содержания изотопной метки. Задачи по определению строения неизвестного соединения по его масс-спектру.

Работа с хромато-масс-спектрограммами, записанными на хромато-масс-спектрометре Agilent 6890N с масс-анализатором Agilent 5973N: выяснение количественного и качественного состава анализируемого образца. Самостоятельное решение задач.

Вопросы студентам:

1. Что представляет собой масс-спектр?
2. Какие основные параметры спектра масс-спектра вы знаете?
3. Какие основные типы ионизации используются в масс-спектрометрии?
4. Что такое молекулярный ион и какую информацию о строении молекулы он дает?
5. Как идентифицировать в масс-спектре пик молекулярного иона?
6. Что такое изотопные пики?
7. Каким образом по интенсивности изотопных пиков определить молекулярную формулу?
8. Какую информацию можно получить по фрагментным пикам?
9. Что такое “азотное правило”?
10. Как производить идентификацию органических соединений по масс-спектру?

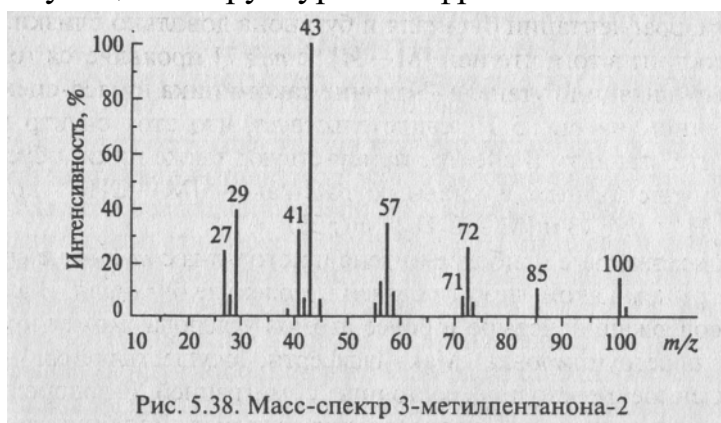
Примеры задач:

1. Определите элементный состав приведенных соединений по интенсивностям изотопных пиков молекулярного иона:
 - a) 100 (100%), 101 (7.9%), 102 (0.26%);
 - b) 124 (100%), 125 (8.6%), 126 (4.7%);
 - c) 94 (100%), 95 (1.1%), 96 (98%), 97 (1.08%).
2. Рассчитайте массовое число и интенсивности изотопных пиков молекулярного иона для соединений: $C_2H_4Br_2$; C_6H_7NO ; $C_3H_6O_2$.
3. По интенсивностям изотопных пиков молекулярного иона определите молекулярные формулы соединений и рассчитайте степень их ненасыщенности:
 - a) 124 (100%), 125 (9.98%), 126 (0.45%);
 - b) 98 (100%), 99 (2.2%), 100 (65.0%), 101 (1.4%), 102 (11%);
 - c) 146 (100%), 147 (7.55%), 148 (0.61%).
4. В масс-спектре продукта полного метилирования глюкозы обнаружены пики со значениями m/z 45 и 205. В какой циклической форме – пиранозной или фуранозной – находился этот продукт?

5. Объясните происхождение в масс-спектре этанола пиков со значениями m/z 46, 45, 31, 29, 15.
6. Составьте схемы фрагментации этилацетата и метилпропионата с указанием масс фрагментных ионов. Можно ли по масс-спектрам различить эти изомеры?
7. Интерпретируйте фрагментацию метилсалицилата, приводящую к появлению в масс-спектре пиков, указанных на рис. 5.39.



8. Соотнесите пики в масс-спектре 3-метилпентанона с соответствующими структурными фрагментами.



9. Расщепление каких связей в молекуле эфедрина (2-метиламино-1-фенилпропано-1) приводит к образованию следующих интенсивных фрагментных ионов, m/z (%): 106 (10), 77 (15), 58 (100), 32 (15).
10. Сложный эфир нормального строения $C_6H_{12}O_2$ имеет масс-спектр, m/z (%): 116 (12), 87 (10), 73 (25), 60 (5), 57 (100), 43 (38), 42 (5), 41 (20). Установите его структуру.

Занятие 7, 8. Методы оптической спектроскопии в структурном анализе (4 час.).

Знакомство с корреляционными таблицами частот в колебательных спектрах и их приложением к интерпретации спектров. Решение задач по интерпретации: ИК-спектров с помощью корреляционных таблиц. Решение

индивидуальных задач по интерпретации ИК-спектров. Установление строения неизвестных соединений по их ИК-спектрам.

Вычисление длины волны, волнового числа и коэффициента молярной экстинкции из УФ-спектров. Закон Ламберта-Бера. Решение задач по использованию УФ-спектров в структурных исследованиях. Решение задач на правило Вудворда-Физера. Влияние сопряжения, замещения, растворителя, процессов протонирования-депротонирования на УФ-спектры.

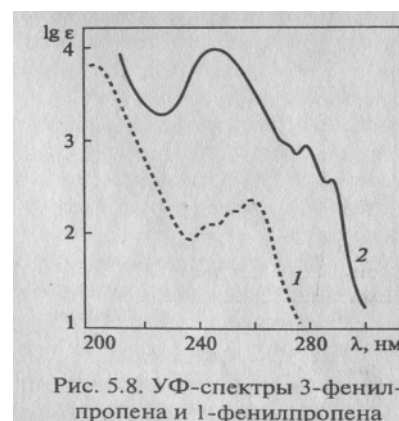
Комплексное использование физических методов для решения структурных задач.

Вопросы студентам:

1. Какая область электромагнитного излучения используется в электронной спектроскопии и ИК спектроскопии?
2. Что происходит с молекулой при поглощении электромагнитного излучения в этих диапазонах?
3. Какие электронные переходы используются в электронной спектроскопии?
4. Каковы ограничения метода электронной спектроскопии и какую информацию о молекуле можно получить этим методом?
5. Какие задачи можно решать методом электронной спектроскопии?
6. Какие типы колебаний в ИК-спектроскопии используются?
7. Что такое характеристические частоты поглощения в ИК-спектроскопии?
8. Как выглядит схема анализа неизвестного органического соединения, ее последовательность?

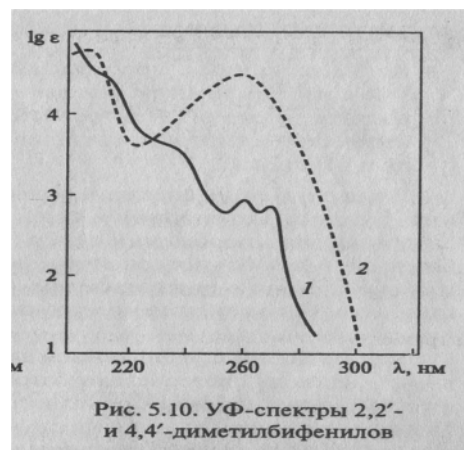
Примеры задач:

1. Под действием УФ-облучения происходит изомеризация 3-фенилпропена в 1-фенилпропен. Определите, какая из кривых, приведенных на рис. 5.8, соответствует исходному соединению, а какая – продукту изомеризации.

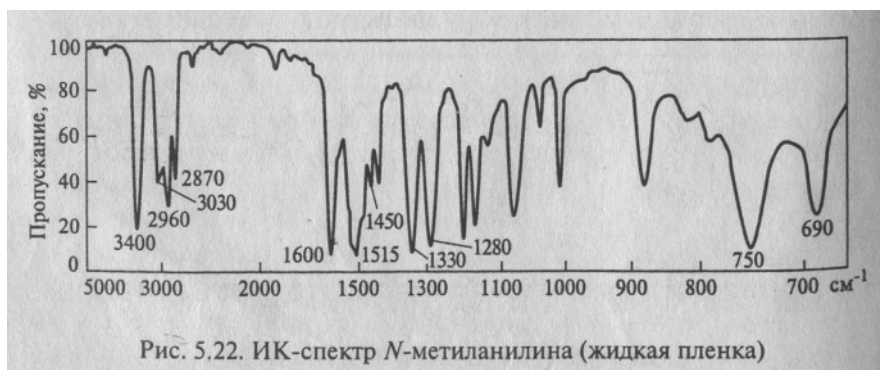


2. В УФ спектрах 4-диэтиламинобензойной кислоты, снятых в этаноле, проявляется полоса поглощения с максимумом 288 нм ($\epsilon = 19000$), а в растворе соляной кислоты – 270 нм ($\epsilon = 10000$). В чем причина различия в положении максимумов поглощения?

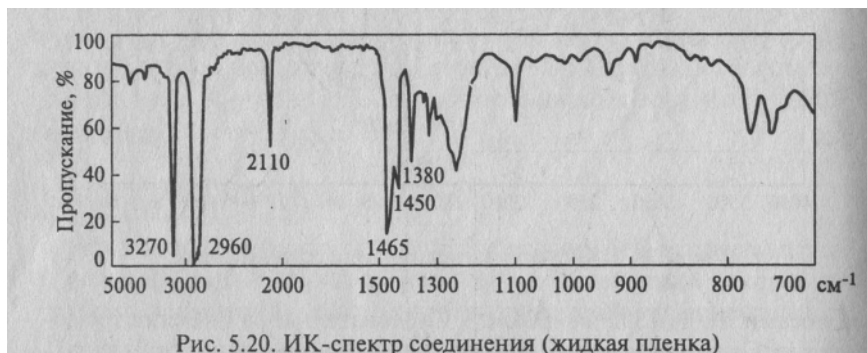
3. Структурные изомеры – 2,2'- и 4,4'-диметилбифенилы – имеют различные УФ-спектры. Какому из изомеров соответствует каждая кривая УФ-спектров, приведенных на рис. 5.10? Объясните причину спектральных различий.



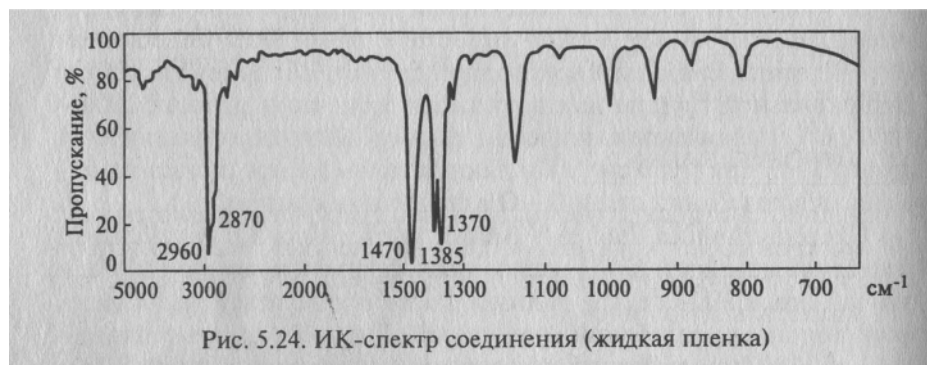
4. Проведите отнесение полос поглощения в ИК-спектре *N*-метиланилина.



5. Соотнесите данные ИК-спектров со структурами гексина-1 и толуола.



6. По характеристическим полосам поглощения выскажите предположение о структуре соединения, ИК-спектр которого представлен на рис.

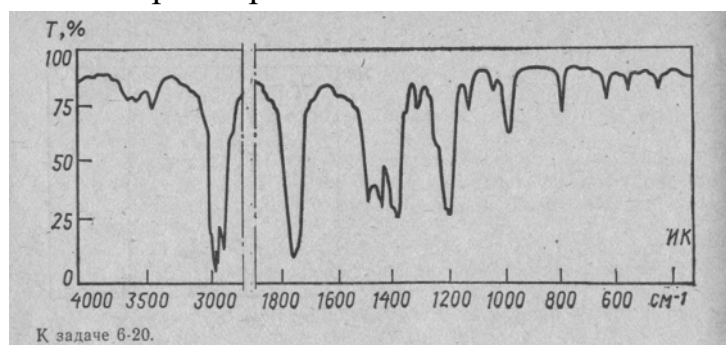


7. По ИК-спектру определите, какие функциональные группы и структурные фрагменты имеются в составе соединения.



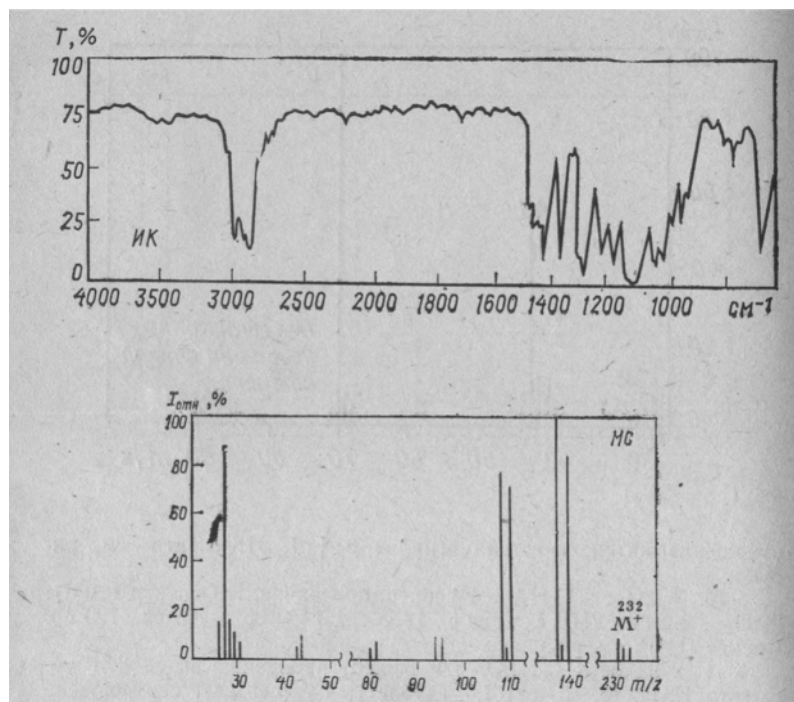
8. Определить структуру вещества по представленным спектральным данным.

Жидкость C_4H_8O . УФ-спектр: $\lambda_{\text{макс}}$ в гексане 279 нм ($\lg \epsilon$ 1.13). Спектр ПМР, δ , м.д.: 1.1 т, 2.15 с, 3.7 к; соотношение интенсивностей сигналов 3:3:2. ИК-спектр: см. рис.



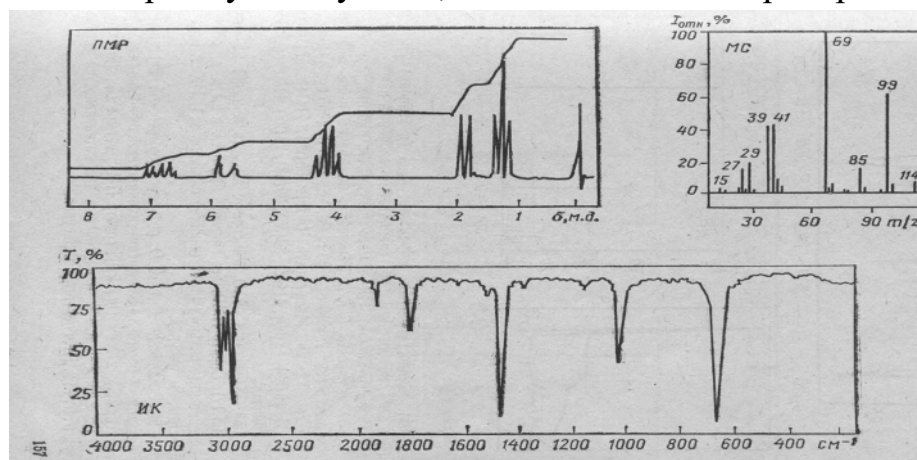
9. Определить структуру вещества по представленным спектральным данным.

Жидкость $C_4H_8OBr_2$. Спектр ПМР два мультиплета при 3.4 и 3.8 м.д. равной интенсивности. ИК-спектр, масс-спектр: см. рис.



10 Определить структуру вещества по представленным спектральным данным.

Соединение $C_6H_{10}O_2$ существует в форме двух геометрических изомеров; обесцвечивает бромную воду. ИК-, ПМР- и масс-спектры приведены.



II. Письменные работы

1. Тест (ПР-1) (Система стандартизированных заданий, позволяющая автоматизировать процедуру измерения уровня знаний и умений обучающегося) - Фонд тестовых заданий.
2. Контрольная работа (ПР-2) (Средство проверки умений применять полученные знания для решения задач определенного типа по теме или разделу) - Комплект контрольных заданий по вариантам.

Комплект заданий для контрольных работ

Контрольная работа №1 «Спектроскопия ЯМР ¹H»

Общее задание: произвести соответствие спектральных данным предполагаемой формуле и оформить результат. Зарисовать спектр ЯМР ¹H, выбрав масштаб произвольно и указать примерные значения КССВ для отдельных сигналов.

№ варианта п/п	Химсдвиг м.д.	Мультиплетность	Относит. интенсив.	Брутто- формула	Класс соединения
1	4,60	триплет	1	C ₃ H ₃ Cl ₅	Пентахлор-пропан
	6,05	дублет	2		
2	2,22	триплет	1	C ₃ H ₄ O	
	2,68	синглет	1		
	4,14	дублет	2		
3	3,40	триплет	1	C ₃ H ₄ O ₂	
	4,20	триплет	1		
4	2,20	Мультиплет	1	C ₃ H ₆ Cl ₂	
	3,65	триплет	2		
5	1,00	Триплет	3	C ₃ H ₆ Cl ₂	
	2,43	Мультиплет	2		
	4,35	триплет	1		
6	2,72	Квинтет (5)	1	C ₃ H ₆ O	
	4,90	триплет	2		
7	3,60	синглет	1	C ₃ H ₆ O ₃	
8	5,00	синглет	1	C ₃ H ₆ O ₃	
9	1,30	триплет	3	C ₃ H ₇ NO	
	2,23	квартет	2		
	6,50	синглет	2		
10	1,54	дублет	6	C ₃ H ₇ NO ₂	
	4,60	квартет	1		
11	1,05	триплет	3	C ₃ H ₇ NO ₂	
	2,10	секстет	2		
	4,45	триплет	2		

12	1,13	дублет	6	C ₃ H ₈ O	
	3,20	септет (7)	1		
	3,90	синглет	1		
13	1,20	триплет	3	C ₃ H ₈ S	
	2,05	синглет	3		
	2,50	квартет	2		
14	1,40	триплет	3	C ₄ H ₆ O ₂ Cl ₂	
	4,40	квартет	2		
	6,00	синглет	1		
15	1,92	синглет	3	C ₄ H ₇ Br	
	4,00	синглет	2		
	5,08	дублет	2		
16	2,25	синглет	3	C ₄ H ₇ OCl	
	3,00	триплет	2		
	3,85	триплет	2		
17	1,65	дублет	3	C ₄ H ₇ OCl	
	2,25	синглет	3		
	4,55	квартет	1		
18	0,92	триплет	3	C ₄ H ₇ OCl	
	2,85	квартет	2		
	3,50	синглет	2		
19	3,60	триплет	2	C ₄ H ₇ NO	
	3,40	синглет	3		
	2,50	триплет	2		
20	1,60	синглет	1	C ₄ H ₇ NO	
	3,30	синглет	6		
20	1,28	триплет	3	C ₄ H ₇ O ₂ Cl	
	4,08	синглет	2		
	4,30	квартет	2		
21	1,05	триплет	3	C ₄ H ₇ O ₂ Br	
	2,12	мультиплет	2		
	4,08	триплет	1		
	11,0	синглет	1		
22	1,10	триплет	3	C ₄ H ₈ O	

	2,15	синглет	3		
	3,70	квартет	2		
23	0,95	триплет	3	C ₄ H ₈ O	
	1,78	мультиплет	2		
	4,06	триплет	2		
	8,22	синглет	1		
24	1,20	триплет	3	C ₄ H ₈ O ₂	
	2,05	синглет	3		
	4,20	квартет	2		
25	1,18	триплет	3	C ₄ H ₈ O ₃	
	3,84	квартет	2		
	4,08	синглет	2		
	11,0	синглет	1		
26	1,05	дублет	6	C ₄ H ₉ Br	
	1,95	мультиплет	1		
	3,35	дублет	2		
27	1,09	триплет	3	C ₄ H ₉ Br	
	1,82	дублет	3		
	1,96	мультиплет	2		
	4,05	синглет	1		
28	1,10	синглет	9	C ₄ H ₁₀ O	
	4,10	синглет	1		
29	3,58	синглет	3	C ₅ H ₆ O ₂	
	5,10	дублет	2		
	5,50	триплет	1		
30	1,50	синглет	6	C ₅ H ₈ O	
	2,10	синглет	1		
	2,25	синглет	1		
31	1,05	дублет	6	C ₅ H ₁₀ O ₂	
	1,96	синглет	3		
	4,85	мультиплет	1		
32	2,52	триплет	2	C ₅ H ₁₀ O ₃	
	3,30	синглет	3		
	3,54	триплет	2		

	3,70	синглет	3		
33	1,02	триплет	3	C ₅ H ₁₁ Cl	
	1,68	синглет	6		
	1,88	квартет	2		
34	5,40	синглет	1	C ₆ H ₆ O ₂	Ароматичес. Соединение
	6,90	синглет	2		
35	2,00	синглет	3	C ₆ H ₁₀	
	5,00	синглет (шир.)	2		
36	1,95	синглет	3	C ₆ H ₁₀ O	Кетон
	2,10	синглет	6		
	6,10	синглет	1		
37	1,46	синглет	3	C ₆ H ₁₂ O ₂	
	2,00	синглет	1		
38	1,30	триплет	3	C ₆ H ₁₃ NO ₂	
	2,42	синглет	6		
	3,20	синглет	2		
	4,15	квартет	2		
39	1,95	синглет	3	C ₆ H ₁₃ NO ₂	
	2,22	синглет	6		
	2,45	триплет	2		
	4,05	триплет	2		
40	3,30	синглет	3	C ₆ H ₁₄ O ₃	
	3,60	синглет	4		
41	4,40	Синглет	2	C ₇ H ₈ O	
	4,85	Синглеет	1		
	7,25	синглет	5		
42	1,13	Триплет	3	C ₇ H ₁₂ O ₄	
	3,32	Синглет	2		
	4,18	квартет	1		
43	1,15	Триплет	9	C ₇ H ₁₆ O ₃	
	4,40	Квартет	6		
	5,00	синглет	1		
44	6,70	Дублет	1	C ₈ H ₇ Br	
	7,05	Дублет	1		

	7,23	синглет	5		
45	3,90	Синглет	3	C ₈ H ₈ O ₂	
	7,55	2 дублета	4		
	9,90	синглет	1		
46	2,25	Синглет	3	C ₈ H ₁₀	
	7,00	синглет	2		
47	1,38	Дублет	3	C ₈ H ₁₁ N	
	1,58	Синглет	2		
	4,10	Квартет	2		
	7,30	синглет	5		
48	1,05	Синглет	3	C ₈ H ₁₄ O ₂	
	1,23	Синглет	3		
	2,45	синглет	1		
49	1,20	Триплет	3	C ₈ H ₁₄ O ₄	
	2,65	Синглет	2		
	4,10	квартет	2		
50	1,21	Триплет	6	C ₈ H ₁₅ NO	Кетон
	1,96	Синглет	3		
	3,15	Квартет	4		
	4,95	Дублет	1		
	7,26	дублет	1		
51	3,50	Синглет	1	C ₉ H ₈ O	
	7,20	синглет	1		
52	2,00	Мультиплет	1	C ₉ H ₁₀	
	2,95	Триплет	2		
	7.30	синглет	2		
53	2,00	Дублет	2	C ₉ H ₁₀ Br ₂	
	4,52	Мультиплет	1		
	5,05	Дублет	2		
	7,40	синглет	5		
54	2,45	Синглет	3	C ₉ H ₁₀ O	
	2,62	Синглет	3		
	7,50	2 дублета	4		
55	2,10	Синглет	3	C ₉ H ₁₁ NO	

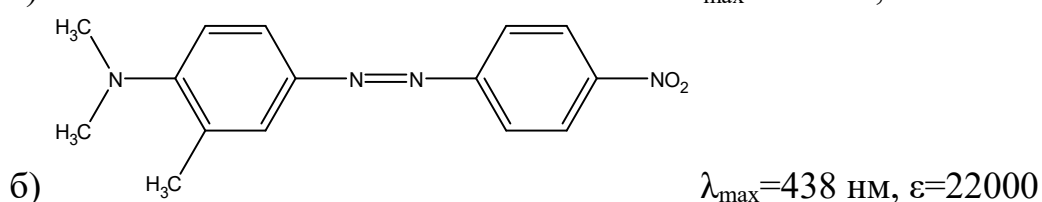
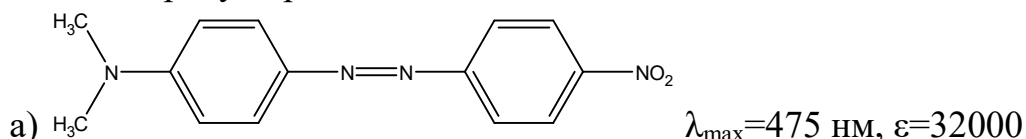
	2,33	Синглет	3		
	7,20	2 дублета	4		
	7,90	синглет (шир)	1		
56	2,32	Синглет	3	$C_{10}H_{10}O$	
	6,80	Дублет	1		
	7,12	Дублет	1		
	7,40	синглет	5		
57	1,10	Триплет	3	$C_{10}H_{12}O_2$	
	3,55	Синглет	2		
	4,00	Квартет	2		
	7,10	синглет	5		
58	1,55	Синглет	6	$C_{10}H_{13}Cl$	
	3,05	Синглет	2		
	7,30	синглет	5		
59	1,78	Синглет	3	$C_{10}H_{13}NO$	
	2,25	Синглет	3		
	3,20	Синглет	3		
	7,30	мультиплет	4		
60	1,40	Триплет	3	$C_{10}H_{13}NO_2$	
	2,15	Синглет	3		
	4,00	Квартет	2		
	7,15	2 дублета	4		
	7,00	синглет (шир)	1		
61	0,88	Дублет	6	$C_{10}H_{14}$	
	1,86	Мультиплет	1		
	2,45	Дублет	2		
	7,12	синглет	5		
62	1,30	Синглет	9	$C_{10}H_{14}$	
	7,28	синглет	5		
63	2,80	Дублет	1	$C_{11}H_{10}O_2Cl_2$	Циклическое Соединение
	3,55	Дублет	1		
	3,80	Синглет	3		
	7,20	синглет	5		
64	1,00	Дублет	6	$C_{11}H_{14}$	

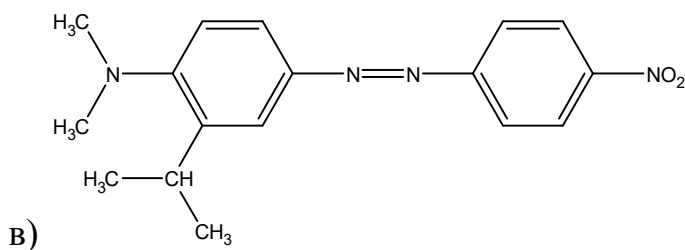
	2,31	Мультиплет	1		
	6,00	Квартет	1		
	6,23	Дублет	1		
	7,10	синглет	5		
65	1,40	Триплет	3	$C_{12}H_{12}$	
	2,90	Квартет	2		
	7,1 – 7,9	мультиплет	7		
66	1,10	Синглет	3	$C_{13}H_{20}$	Циклическое соединение
	1,80	Синглет	6		
	4,75	синглет	1		
67	1,30	Синглет	9	$C_{13}H_{20}O$	
	2,15	Синглет	6		
	2,30	Синглет	3		
	6,95	синглет	2		
68	5,25	Синглет	5	$C_{14}H_{12}$	Алкен
	5,40	синглет	1		
69	4,40	Синглет	5	$C_{14}H_{12}O$	Циклическое соединение
	7,20	синглет	1		
70	2,30	Синглет	3	$C_{15}H_{14}O$	
	5,15	Синглет	1		
	7,40	синглет	10		

Контрольная работа №2 «Использование методов ЯМР и масс-спектрометрии в структурном анализе»

Вариант 1

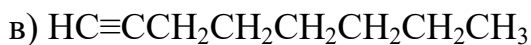
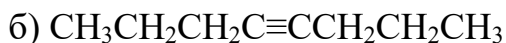
1. Объясните изменения в положении длинноволновой полосы поглощения в ряду перечисленных соединений:





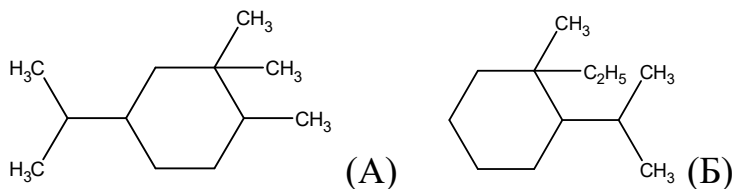
$$\lambda_{\max}=420 \text{ нм}, \varepsilon=18600$$

2. В ИК-спектре вещества наблюдаются полосы поглощения 3300, 2950, 2860, 2120, 1465 и 1385 см^{-1} . Определите, какому из приведенных ниже соединений принадлежит приведенный спектр? Произведите полное отнесение полос.

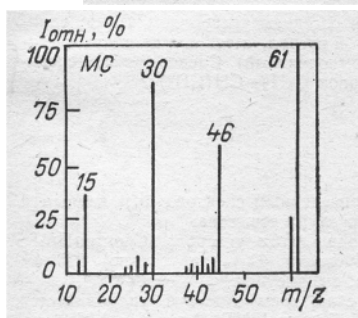
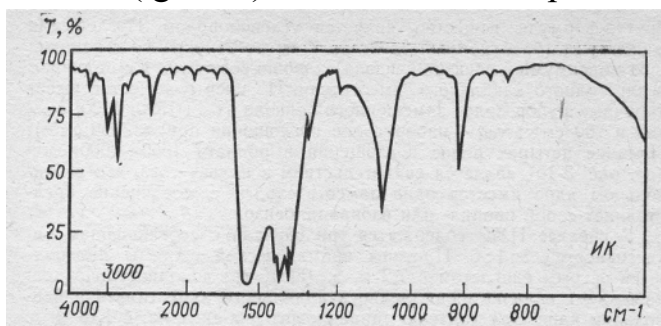


3. Соединение $\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{Br}$ при окислении KMnO_4 превращается в бензойную кислоту и имеет в спектре ПМР три синглета при δ 1.7; 3.1 и 7.3 м.д. с соотношением интегральных интенсивностей 6:2:5 соответственно. Определите структуру соединения.

4. В масс-спектре вещества имеются пики m/z : 168, 139, 125, 97. Какой из двух структур соответствует спектр? Поясните свой выбор.

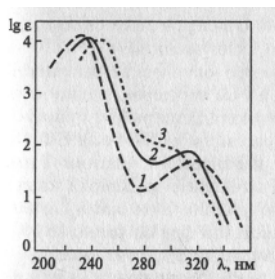


5. Установите структуру вещества. Спектр ПМР: 4.2 м.д., с (3H); УФ (гексан): $\lambda_{\max}=273 \text{ нм}$ ($\lg \varepsilon$ 1.3); ИК и масс-спектры смотрите на рис.



Вариант 2

1. Какие из кривых являются УФ-спектрами 4-метилпентен-3-она-2 в гексане, спирте и воде? Исходя из влияния растворителя на положение полос поглощения, определите, какие типы электронных переходов обусловили появление этих полос.



2. На рис. приведен ИК-спектр вещества, состава $C_8H_6N_2O_2$. Определите, в какие функциональные группы входят атомы азота и кислорода, и по характеристическим частотам выскажите предположение о структуре соединения.

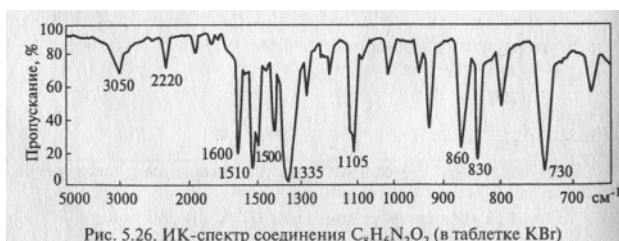


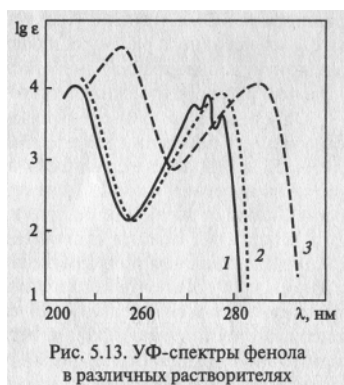
Рис. 5.26. ИК-спектр соединения $C_8H_6N_2O_2$ (в таблетке KBr)

3. Соединение $C_{11}H_{16}O$ образует со щелочами соли, с хлорным железом дает цветную реакцию. В спектре ПМР два синглета при δ 2.1 и 4.2 м.д. с соотношением интегральных интенсивностей 15:1 соответственно. Определите структуру соединения.
4. Определите элементный состав соединения по приведенным данным масс-спектра: 112 (100%); 113 (6.7%); 114 (32.7%); 115 (2.16%).
5. Установите структуру вещества. Жидкость C_2H_4O . Спектр ПМР: 2.1 м.д., д (3H); 9.8 м.д., к (1H); УФ (гексан): $\lambda_{max}=290$ нм ($lg \epsilon$ 1.23); ИК-спектр (см⁻¹): 2980-2830 шир., сил., 1730 сил., 1450 сл., 1380 сл.; масс-спектр, m/z (%): 44 (100), 30 (30), 28 (16), 16 (8), 14 (16).

Вариант 3

1. Какие из кривых являются УФ-спектрами фенола в гексане, спирте и спиртовом растворе щелочи? Исходя из влияния растворителя на положение

полос поглощения, определите, какие типы электронных переходов обусловили появление этих полос.



2.

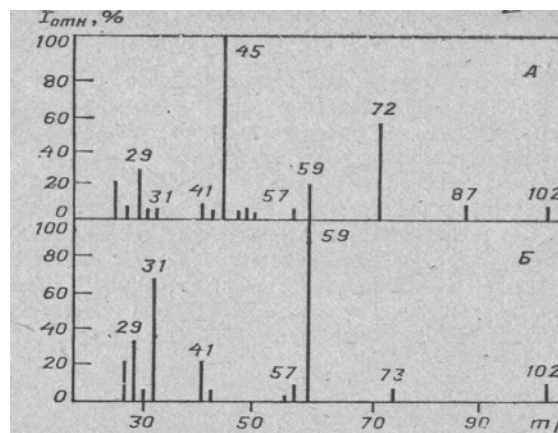
5.15. Проведите отнесение полос поглощения в ИК-спектре *N*-метиланилина (рис. 5.22).



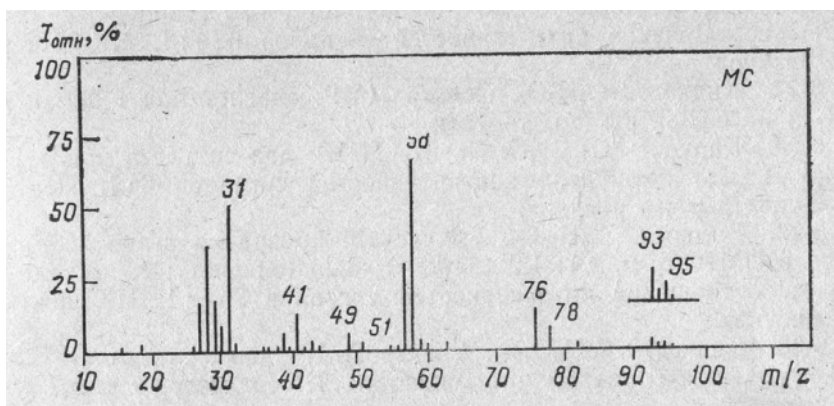
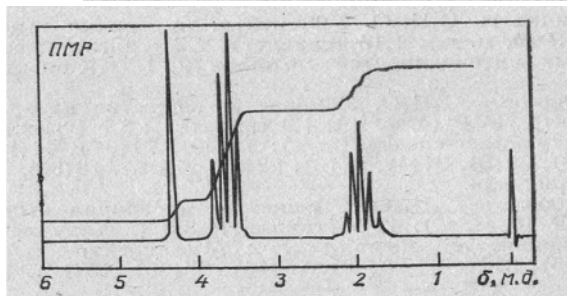
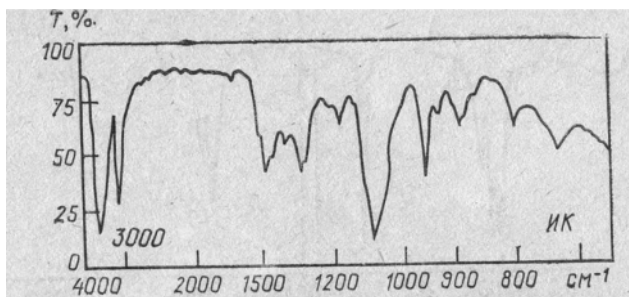
3. Гидрированием антрацена получено соединение, в спектре ПМР которого два синглета при δ 4.0 и 7.2 м.д. с соотношением интегральных интенсивностей 1:2, соответственно. Определите структуру соединения и напишите уравнение реакции.

4.

На рис. приведены масс-спектры изомерных эфиров – этилизобутилового и этил-втор-бутилового. Установите структуры веществ А и Б. Объясните происхождение основных фрагментных ионов.

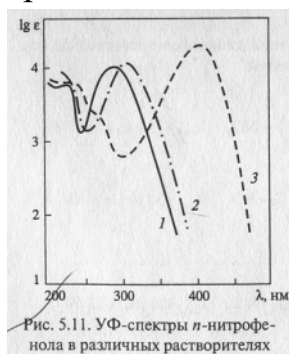


5. Установите структуру вещества C_3H_7ClO . УФ-спектр: прозрачно выше 200 нм; ИК, ПМР и масс-спектры смотрите на рис.



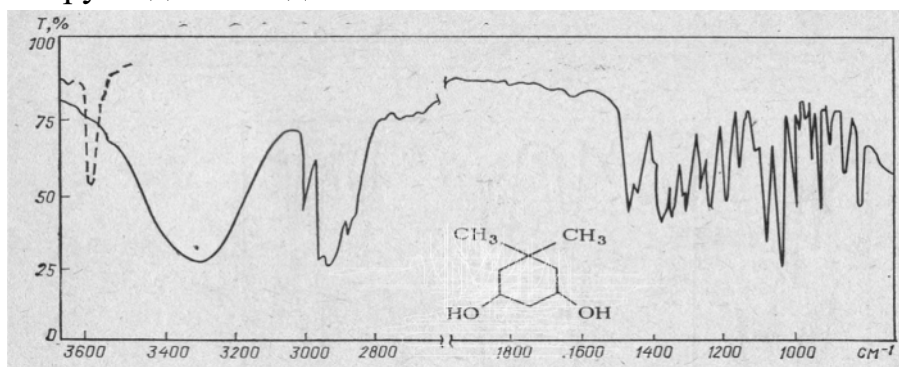
Вариант 4

3. Какие из кривых являются УФ-спектрами п-нитрофенола в изооктане, этаноле и спиртовом растворе щелочи? Чем объясняются различия в положении и интенсивности полос поглощения при изменении растворителя и pH среды?



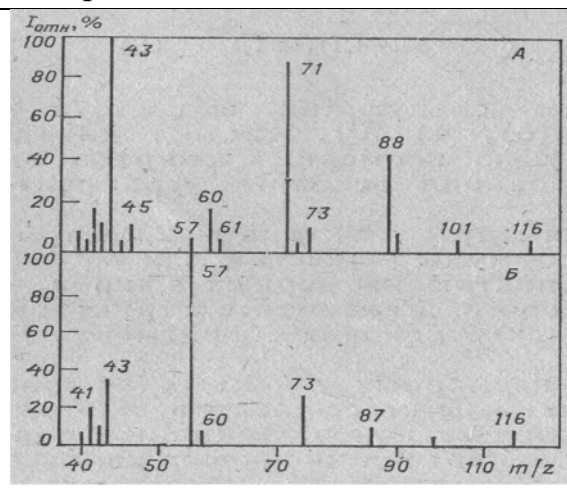
4. На рисунке приведен ИК-спектр 5,5-диметилциклогександиола-1,3 в тонком слое. При записи спектра в разбавленном (0.005 М) растворе в хлороформе широкая полоса поглощения в области 3600-3100 см⁻¹ исчезает и

вместо нее появляется узкая полоса при 3600 см^{-1} . Определите конфигурацию гидроксильных групп данного диола.

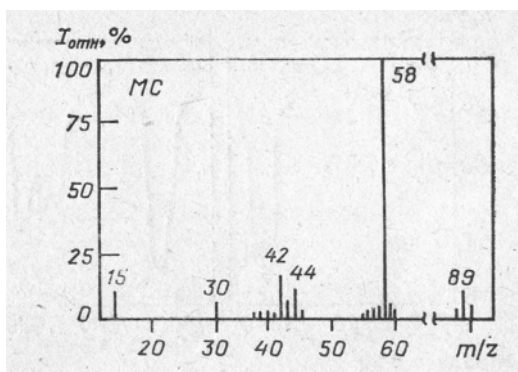
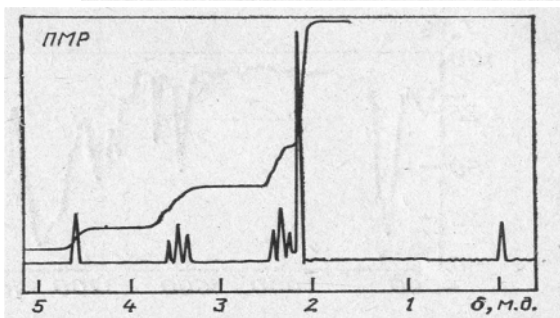
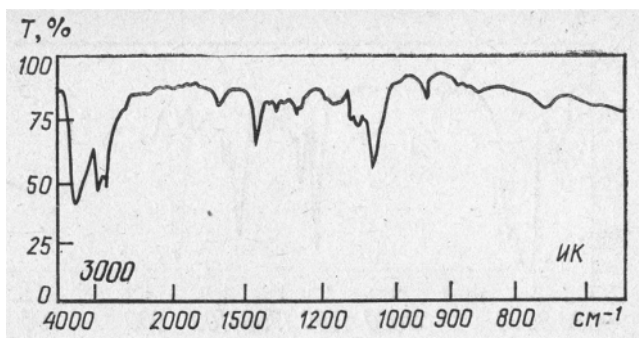


5. Изобутилен обработан бромоводородом. В спектре ПМР продукта реакции: δ (м.д.) 1.0, д; 2.1, м; 3.2, д с соотношением интегральных интенсивностей 6:1:2 соответственно. Установите, произошло ли присоединение по правилу Марковникова или против него.

4. Предложите структуру двух изомерных сложных эфиров нормального строения по данным масс-спектра. Объясните происхождение основных фрагментных ионов.

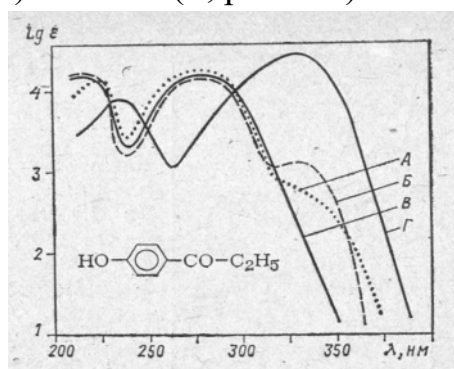


5. Установите структуру вещества $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}$. УФ-спектр: прозрачно выше 200 нм ; ИК, ПМР и масс-спектры смотрите на рис.



Вариант 5

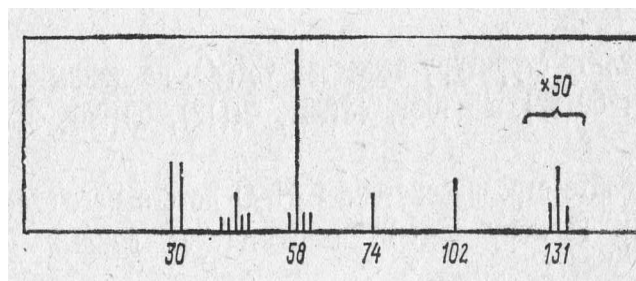
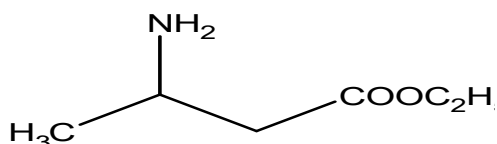
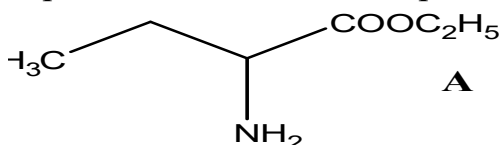
- Объясните, чем вызваны различия в УФ-спектрах 4-гидроксипропиофенона, полученных в циклогексане (А), этаноле (Б) и в водных растворах HCl (В, Ph 3.0) и NaOH (Г, pH 11.0).



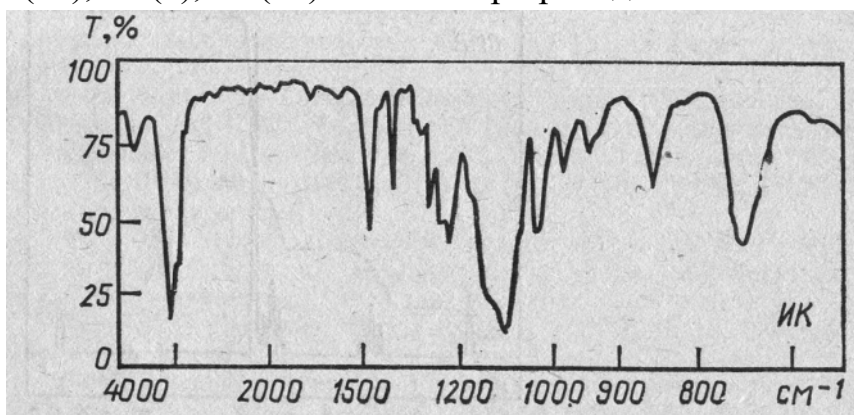
- Углеводород C_6H_{12} имеет в ИК-спектре полосы поглощения при 3045 и 1650 cm^{-1} . В результате озонлиза исходного соединения образуются альдегид и кетон с одинаковым числом атомов углерода в молекуле. Напишите структурную формулу углеводорода, а также уравнение реакции.

3. При гидратации непредельного углеводорода C_4H_8 получен спирт, содержащий в спектре ПМР два синглета при 1.1 и 4.1 м.д. с соотношением интенсивностей 9:1. Напишите структурную формулу углеводорода, а также уравнение реакции.

4. Этиловому эфиру какой аминокислоты (А или Б) соответствует приведенный масс-спектр?

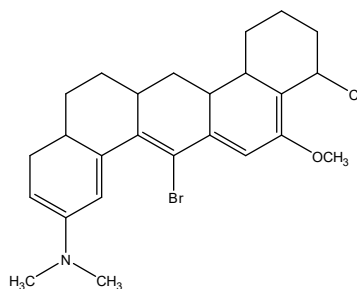


5. Установите структуру вещества. Жидкость $C_4H_{10}O_2$. УФ: прозрачно. Спектр ПМР: два синглета при 3.06 и 3.3 м.д., соотношение интенсивностей 3:2. Масс-спектр, m/z (%): 90 (22), 60 (18), 58 (9), 46 (7), 45 (100), 43 (6), 31 (8), 29 (19), 28 (8), 15 (12). ИК-спектр приведен.

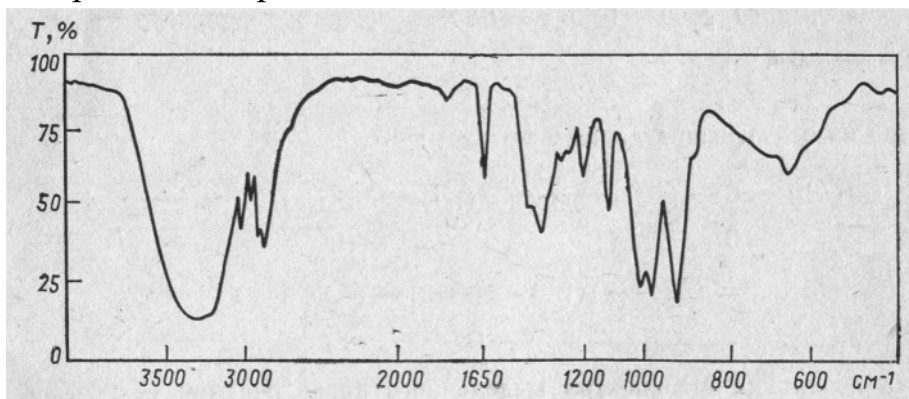


Вариант 6

1. Рассчитайте λ_{max} полосы поглощения в полиеновом хромофоре.



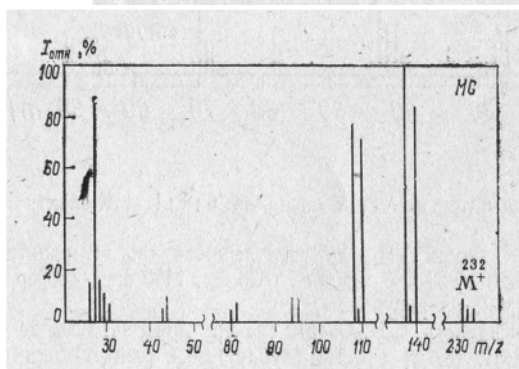
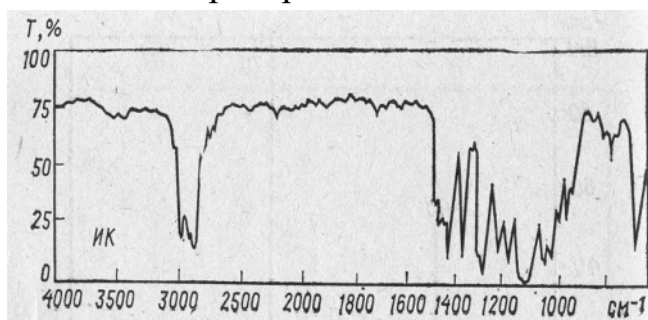
2. Определите строение соединения C_3H_6O по данным ИК-спектра.



3. Сложный эфир формулы $C_5H_{10}O_2$ содержит в спектре ПМР три сигнала при δ (м.д.): 1.05, д; 1.95, с; 4.85, м с соотношением интенсивностей 6:3:1, соответственно. Напишите структурную формулу вещества.

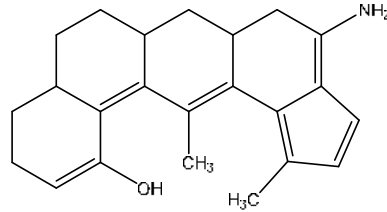
4. Установите строение соединения $C_6H_{14}O$ по его масс-спектру: m/z (I) – 102(1), 87(20), 59(12), 45(100), 43(60), 41(16), 39(12), 29(5), 27(20).

5. Установите структуру вещества. Жидкость $C_4H_8OBr_2$. Спектр ПМР: два мультиплета при 3.4 м.д. и 3.8 м.д. равной интенсивности. УФ: прозрачно. Масс- и ИК-спектры приведены.

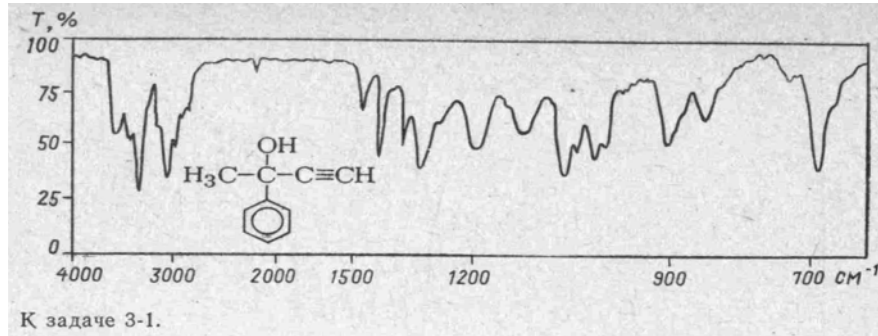


Вариант 7

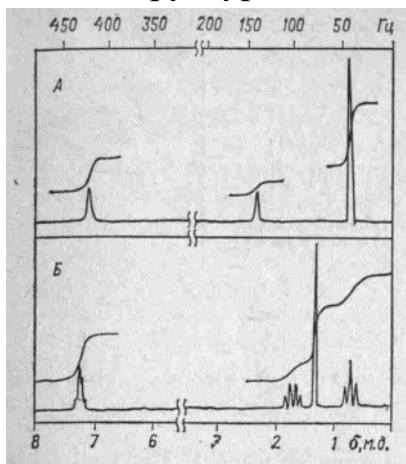
1. Рассчитайте λ_{\max} полосы поглощения в полиеновом хромофоре.



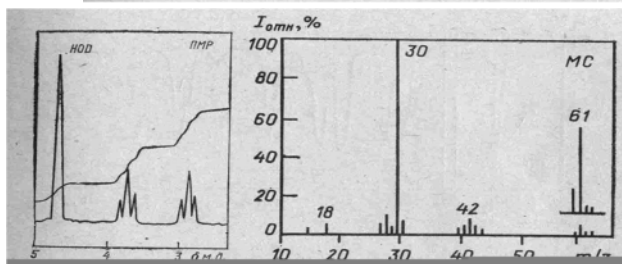
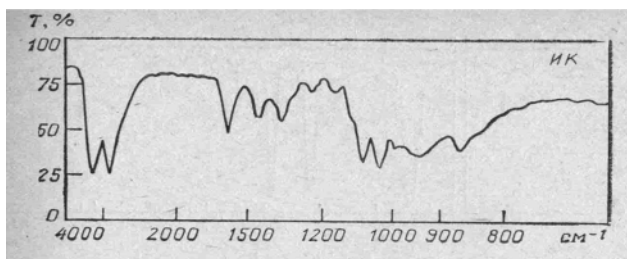
2. Сопоставьте данные ИК-спектра со структурой 2-фенилбутин-3-ола-2.



3. Два изомерных углеводорода $C_{11}H_{16}$ при окислении перманганатом калия образуют одну и ту же кислоту. На основании спектров ПМР установите структуры соединений А и Б. Какова рабочая частота прибора?

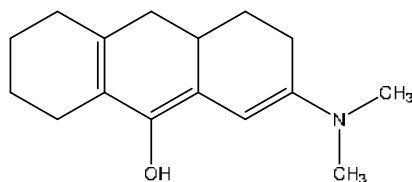


4. Определите элементный состав соединения по интенсивностям изотопных пиков молекулярного иона: m/z (I, %) – 72(100), 73(3.5), 74(0.5). Приведите возможные варианты структурных формул.
5. Бифункциональное вещество C_2H_7ON , способное ацилироваться по обеим функциональным группам. Спектр ПМР (D_2O), ИК, масс- приведены на рисунках.

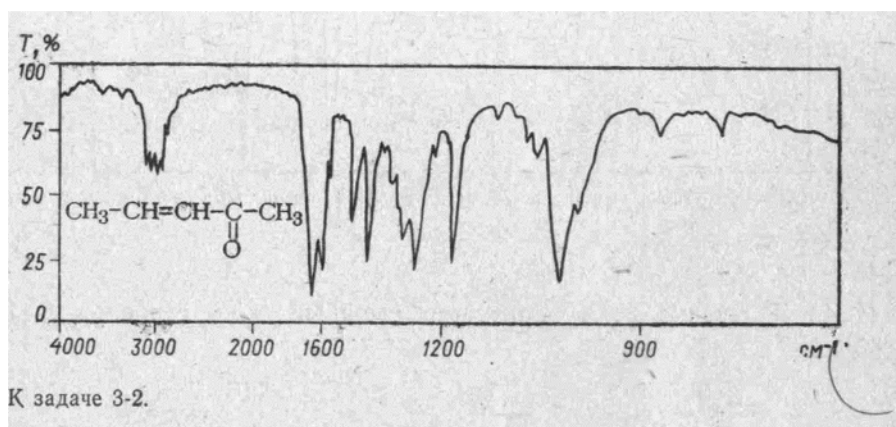


Вариант 8

1. Рассчитайте λ_{\max} полосы поглощения в полиеновом хромофоре.



2. Сопоставьте данные ИК-спектра со структурой пентен-3-она-2.

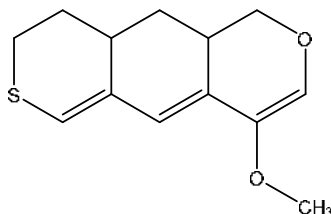


3. После обработки броммалонового эфира раствором соды в спектре ПМР остаются два сигнала: 1.1 м.д., т и 4.0 м.д., к. Соединение не содержит натрия. В какое вещество превратился броммалоновый эфир?
4. Определите элементный состав соединения по интенсивностям изотопных пиков молекулярного иона: m/z (I, %) – 112(100), 113(6.7), 114(32.7), 115 (2.16). Приведите возможные варианты структурных формул.

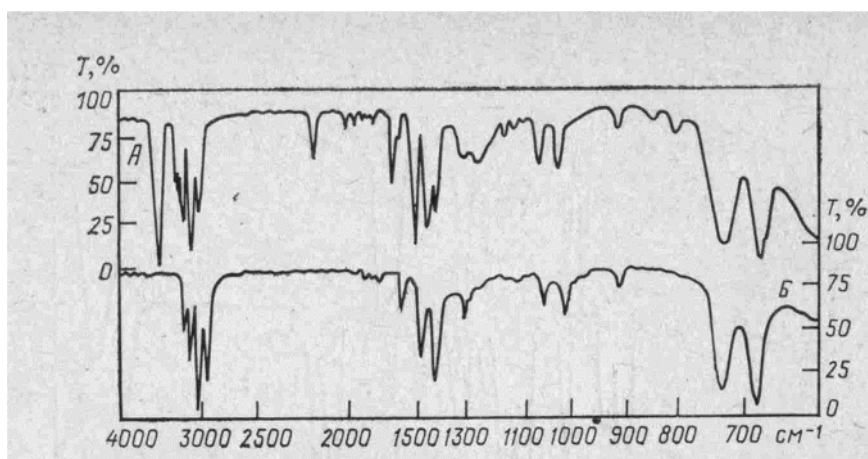
5. Жидкость $C_4H_4Cl_2$, ИК-спектр (cm^{-1}): 2960 шир. ср., 2240 сл., 1430 ср., 1265 с., 1165 с., 710 с.; Спектр ПМР: 4.15 с. Определите структурную формулу вещества.

Вариант 9

1. Рассчитайте λ_{max} полосы поглощения в полиеновом хромофоре.

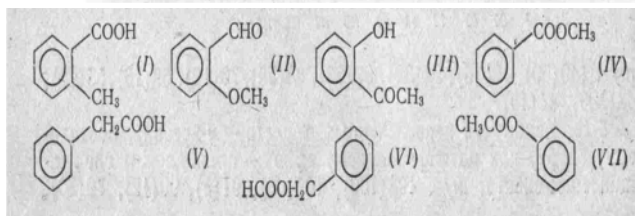
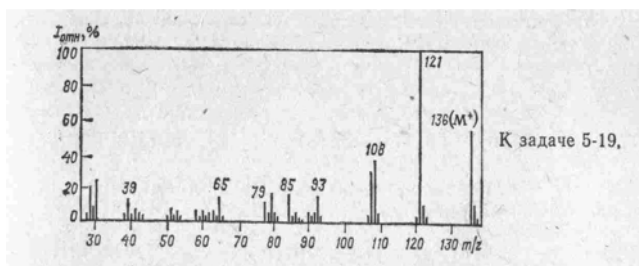


2. При последовательной обработке ацетилена эквимольными количествами амида натрия и 1-бром-3-фенилпропана синтезировано соединение (А); последовательной обработкой этого вещества эквимольными количествами амида натрия и йодметана синтезировано соединение (Б). Какому веществу принадлежит каждый из представленных спектров.



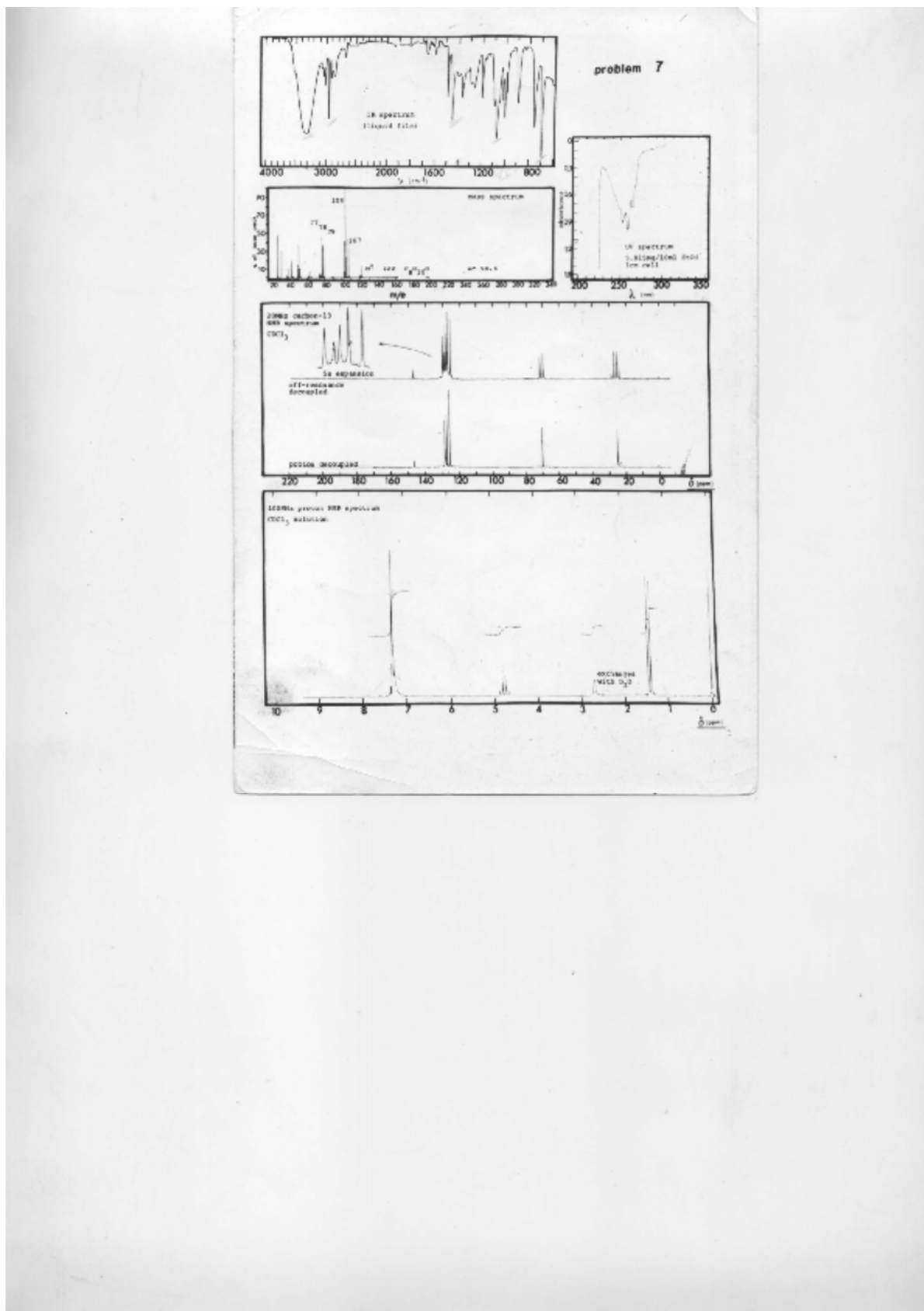
3. Тяжелая бесцветная слезоточивая жидкость $C_6H_{13}O_2Br$ синтезирована из ацетальдегида, этанола и брома. Установите строение этого вещества, если его спектр ПМР содержит (δ , м.д.): 1.1, т (6H), 3.45, к (4H), 3.75, д (2H), 5.6 т (1H).

4. Какому из перечисленных веществ принадлежит масс-спектр? Докажите с помощью интерпретации фрагментных пиков.

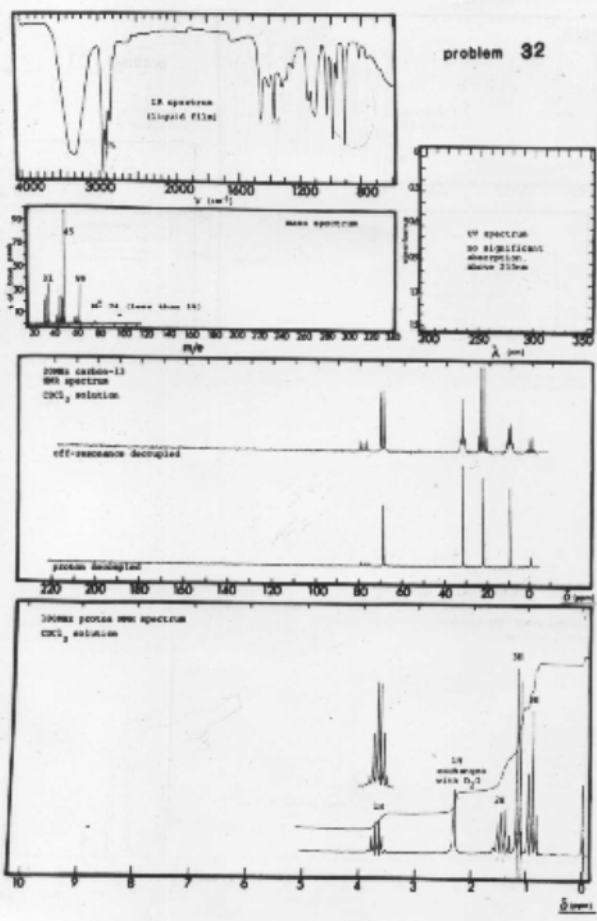


5. Соединение $C_6H_{10}O_2$ существует в форме двух геометрических изомеров; обесцвечивает бромную воду. Спектр ПМР, масс-спектр и ИК-спектр приведены.

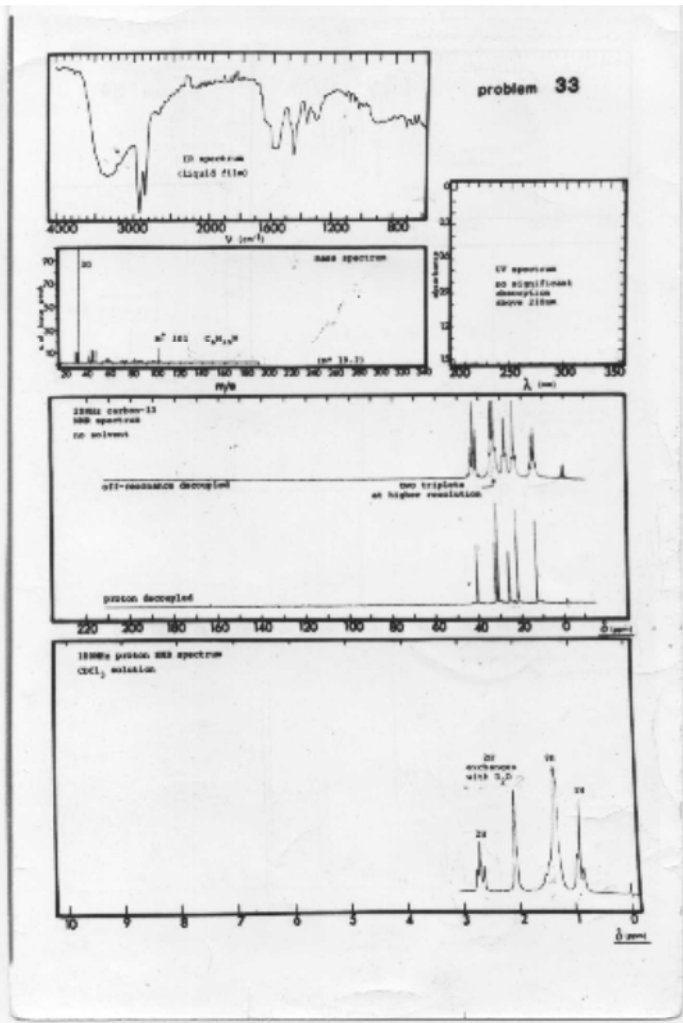
Контрольная работа №3 «Использование методов ЯМР и масс-спектрометрии в структурном анализе»
Вариант 1



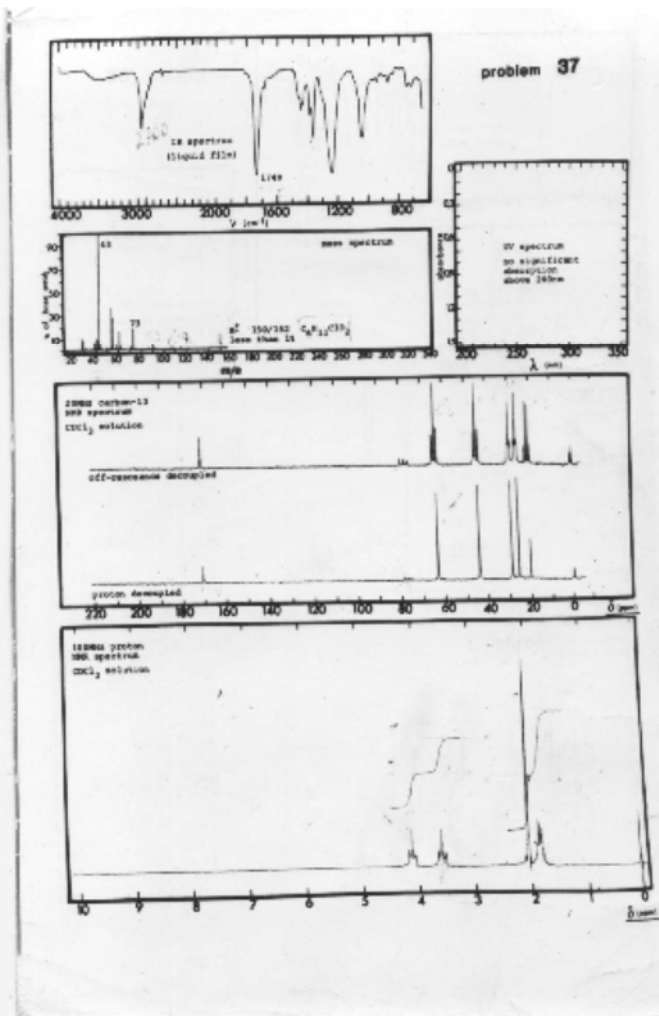
Вариант 2



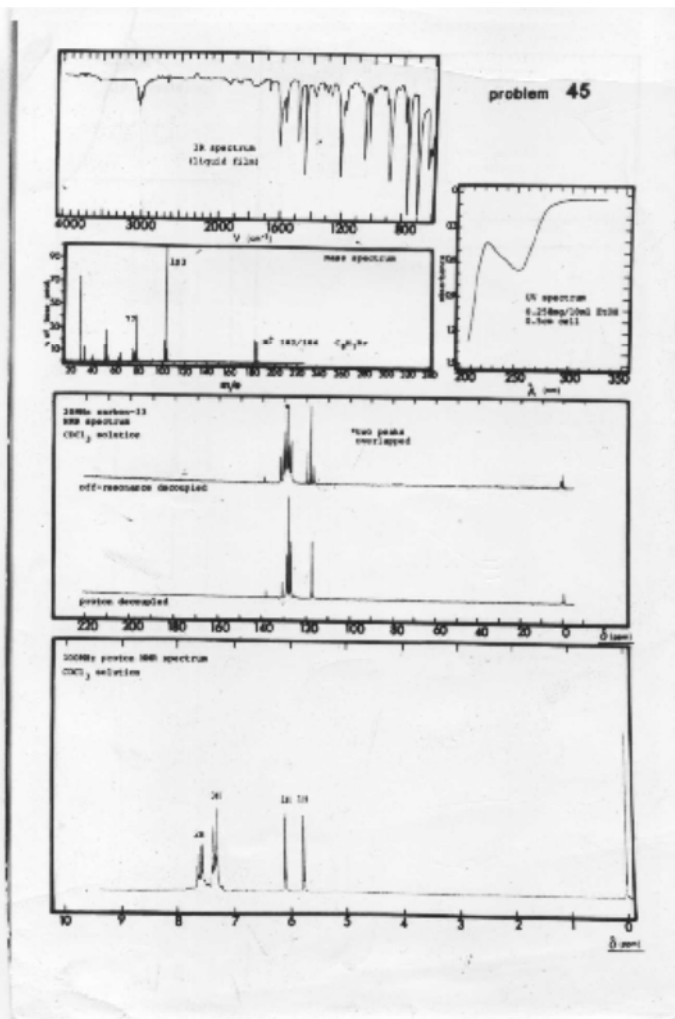
Вариант 3



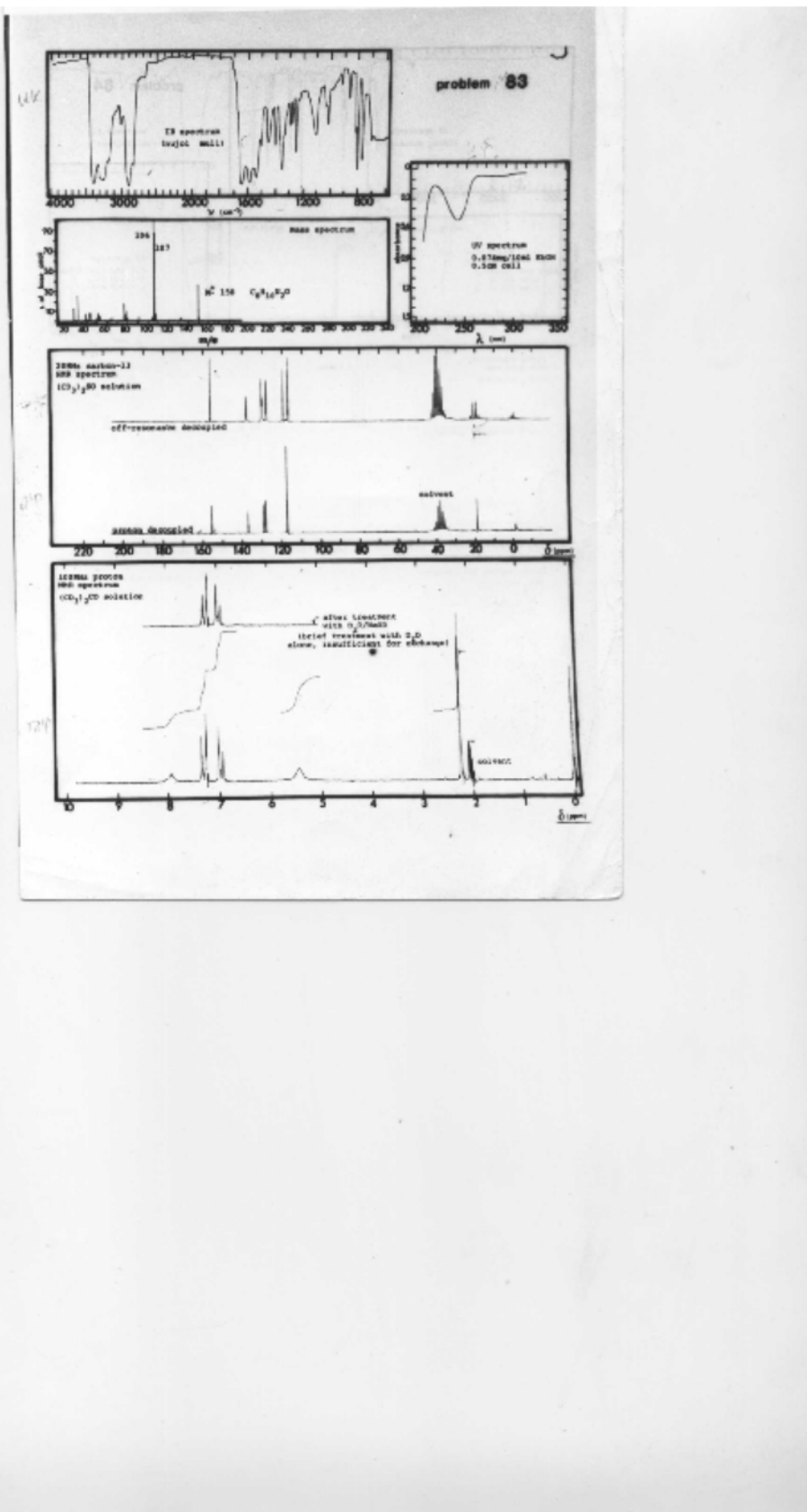
Вариант 4



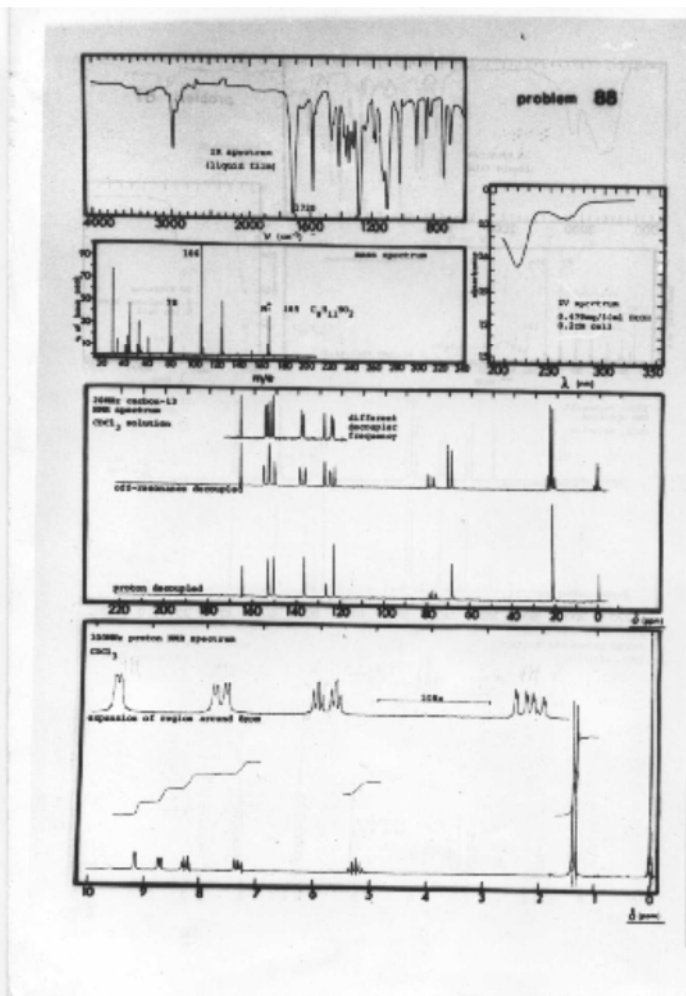
Вариант 5



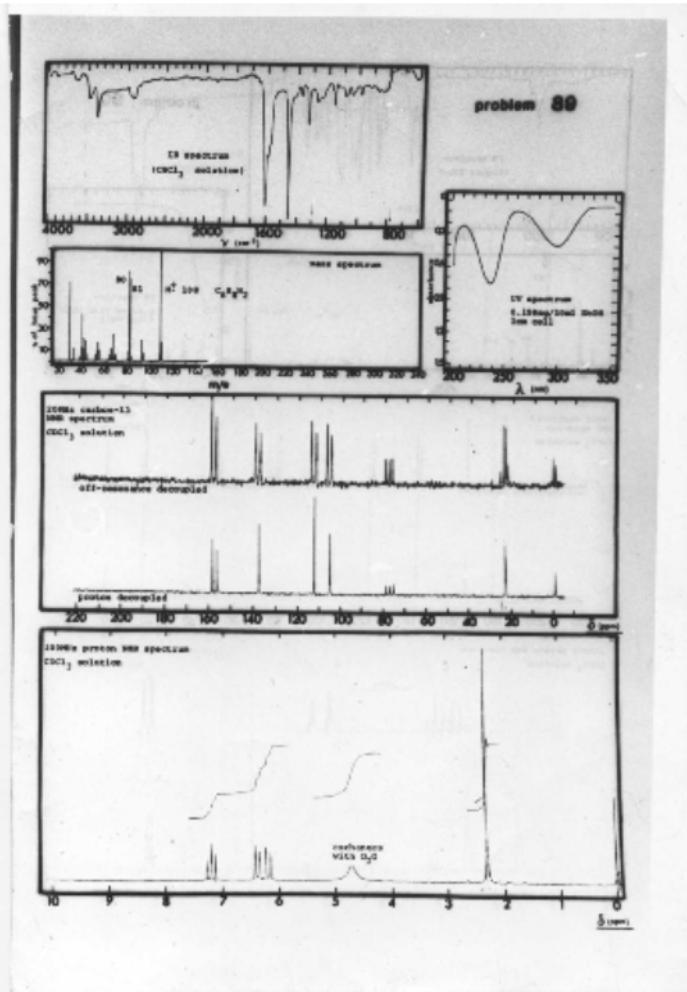
Вариант 6



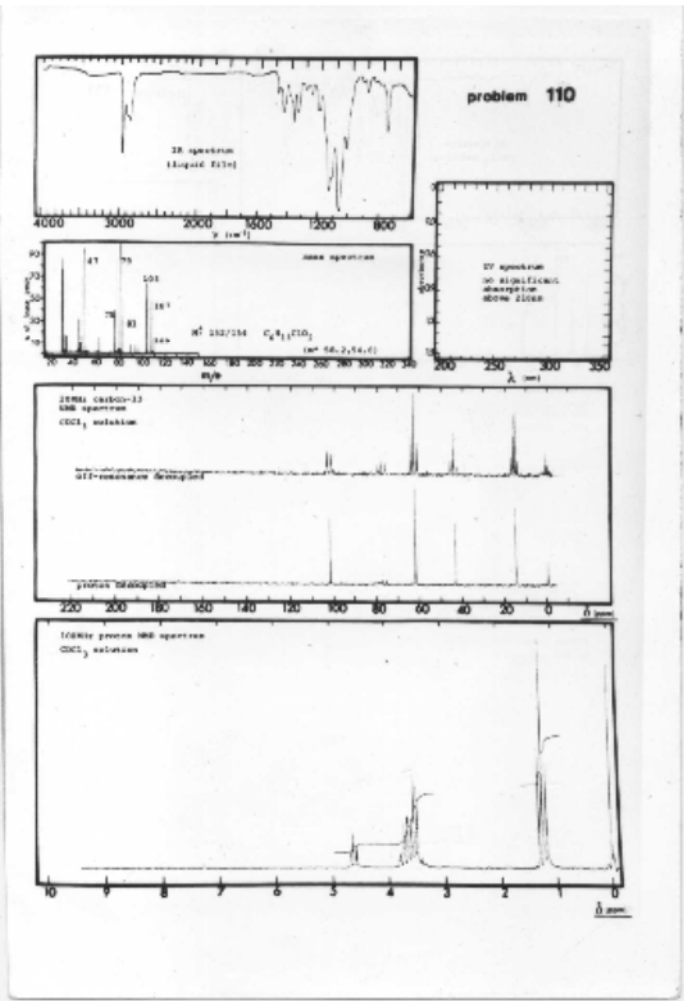
Вариант 7



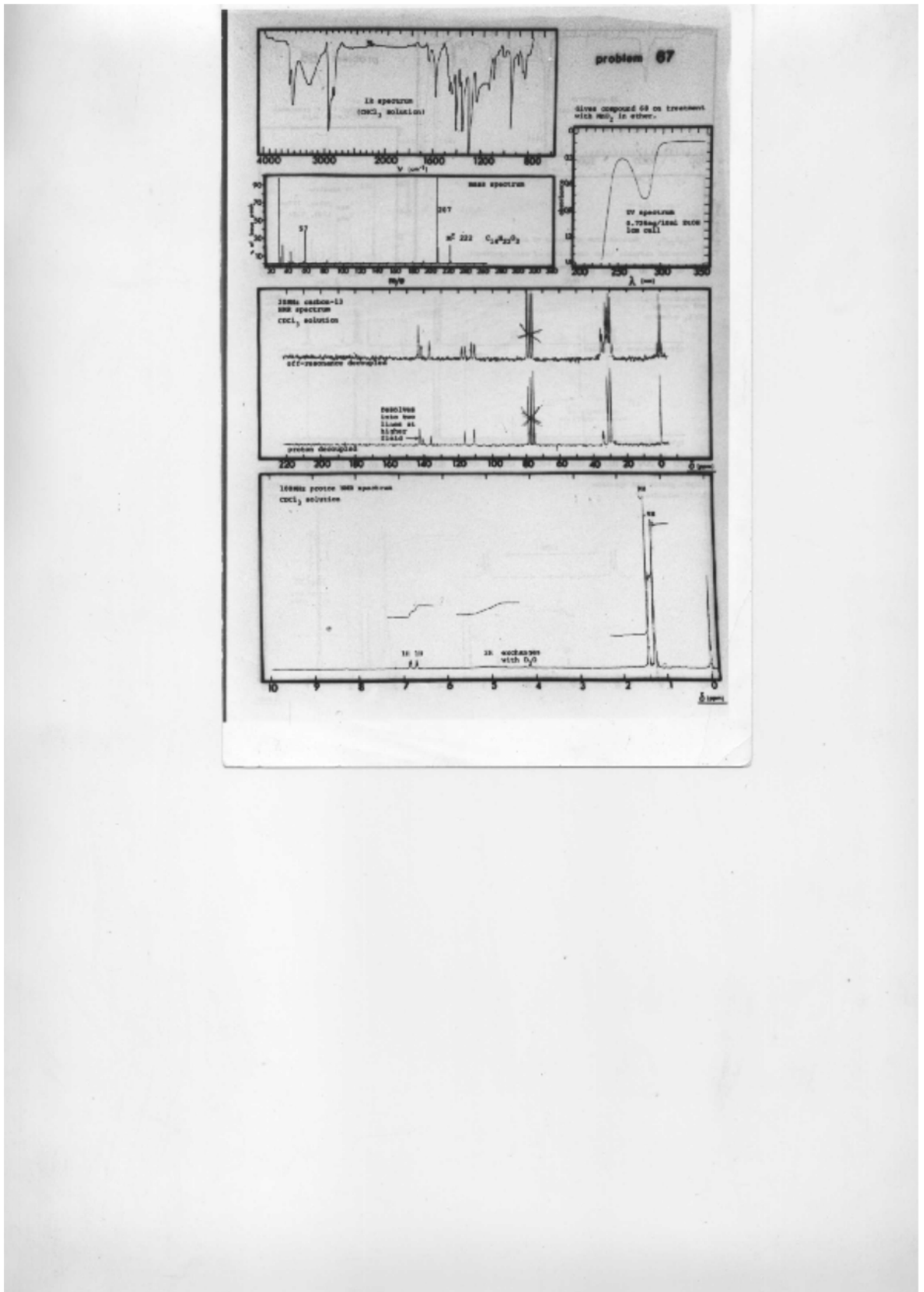
Вариант 8



Вариант 9



Вариант 10



Тестовые задания для текущей проверки
по дисциплине «Физические методы исследования»

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 триплете

5. Дополните

Интенсивности отдельных линий в триплете не равны и соответствуют

6. Дополните

Расстояние между соседними линиями в триплете.....

7. Дополните

Расстояние между соседними линиями в триплете соответствует величине

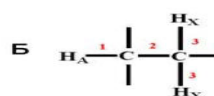
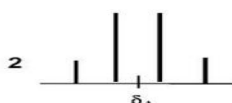
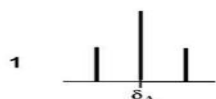
8. Дополните

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
- 2. Геминальное взаимодействие
- 3. Вицинальное взаимодействие
- 4. Дальнее взаимодействие

- А взаимодействующие ядра разделены двумя связями
- Б взаимодействующие ядра разделены одной связью
- В взаимодействующие ядра разделены четырьмя или пятью связями

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. Ts 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 _____

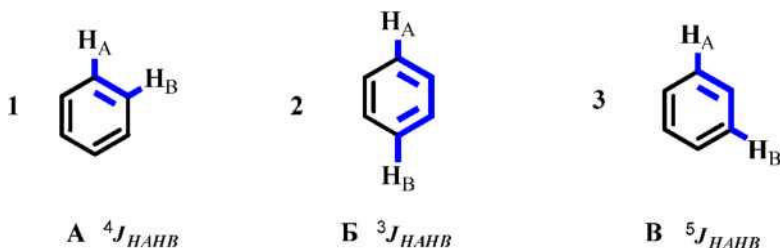
20. Дополните

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

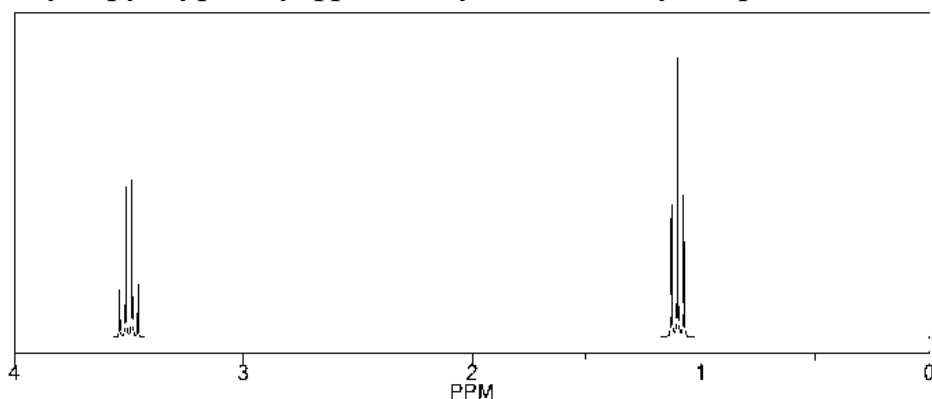
Взаимодействие протона (или набора эквивалентных протонов) с двумя эквивалентными протонами и двумя, отличающимся по химическому сдвигу протонами, с различными константами спин-спинового взаимодействия приводит к появлению в спектре сигнала в виде _____

22. Установите соответствие



23. Выберите правильный ответ

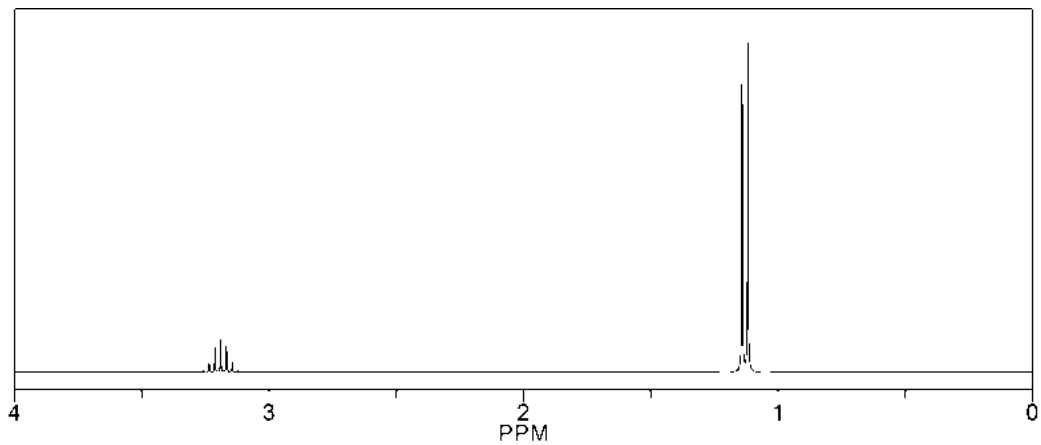
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. X-CH₂CH₃ 2. CH₃OCH₂-X 3. CH₂-CH₂-X

24. Выберите правильный ответ

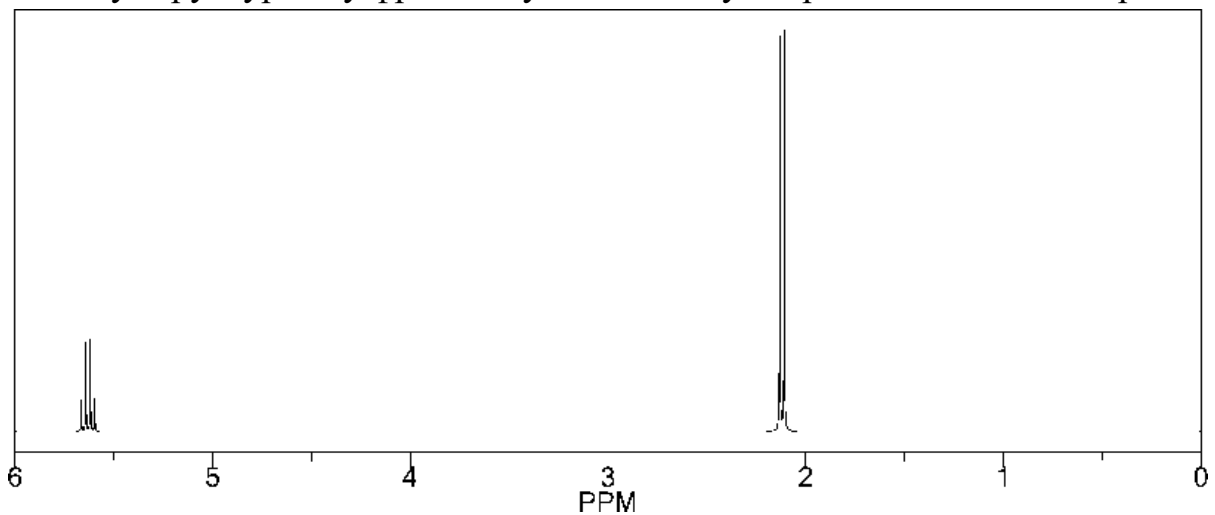
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. $\text{CH}_3\text{-CH}_3$ 2. $\text{X-CH}(\text{CH}_3)$ 3. $\text{CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-X}$

25. Выберите правильный ответ

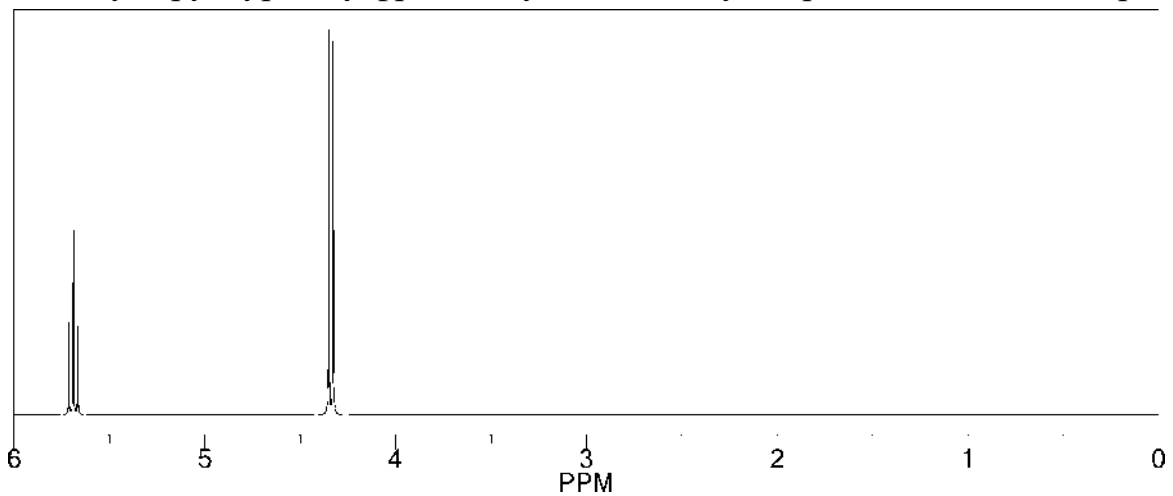
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. $\text{CH}_3\text{-CHX}_2$ 2. $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{X}$ 3. XCH_2XCH_3

26. Выберите правильный ответ

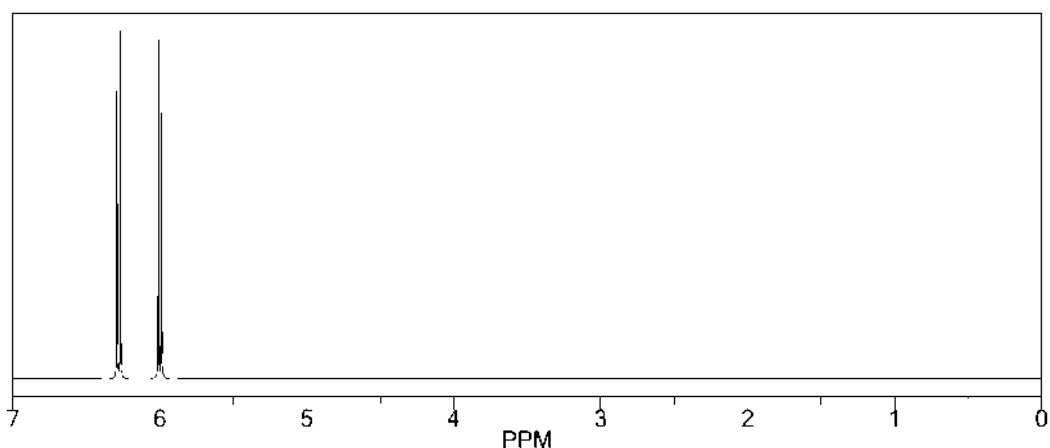
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



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

27. Выберите правильный ответ

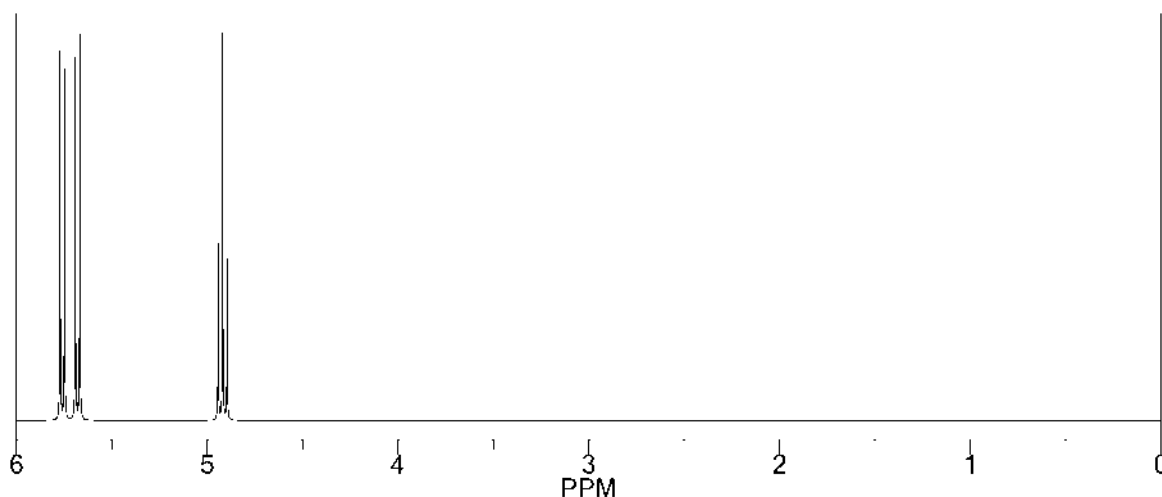
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. X_2CHCHX_2 2. YCH_2CH_2X 3. X_2CHCH_2Y

28. Выберите правильный ответ

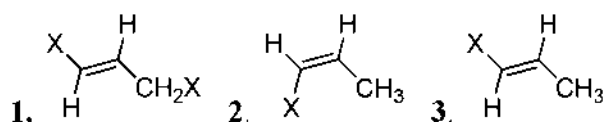
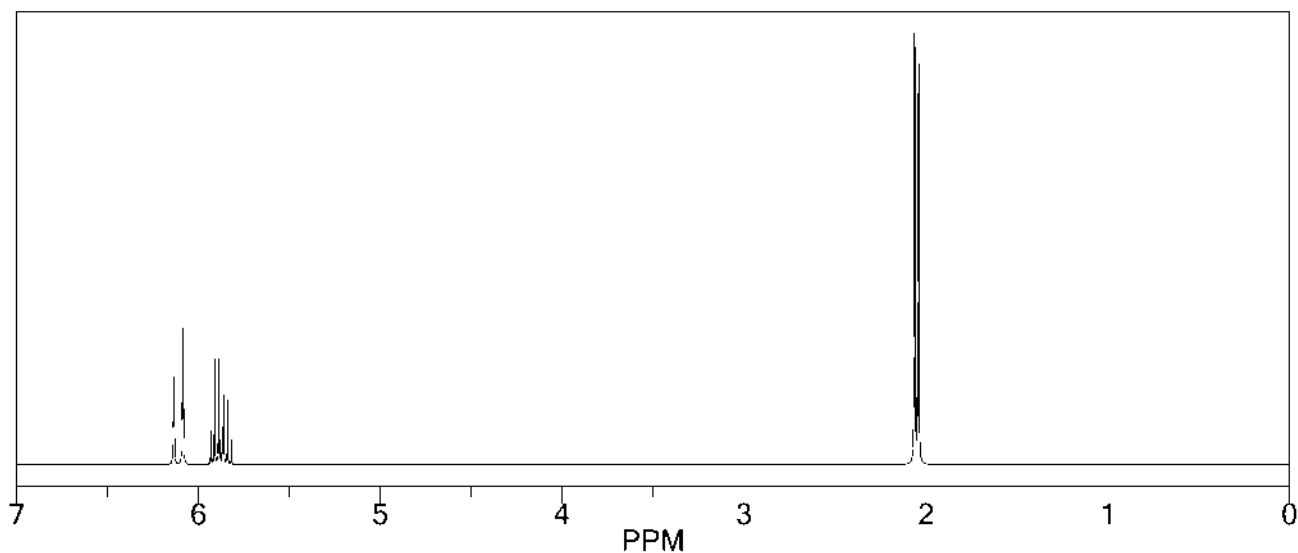
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. X_2CHCHX_2 2. XCH_2CHX_2 3. X_2CHCHY_2

29. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?

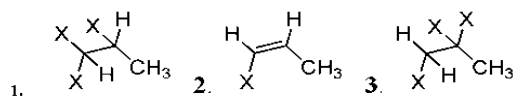
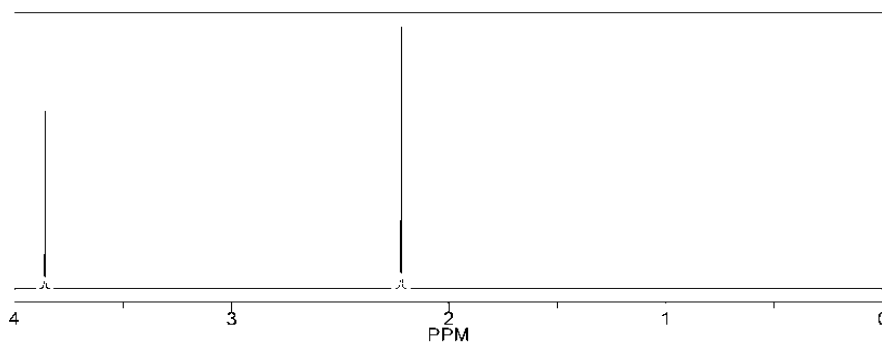


30. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?

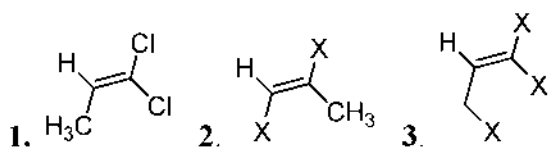
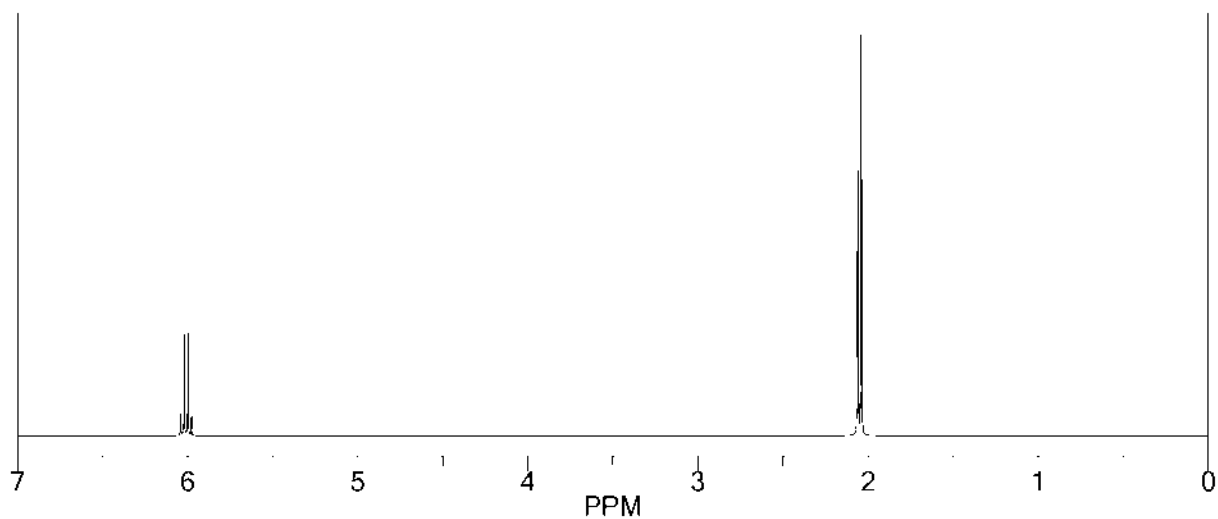
31. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



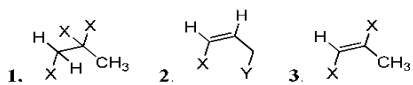
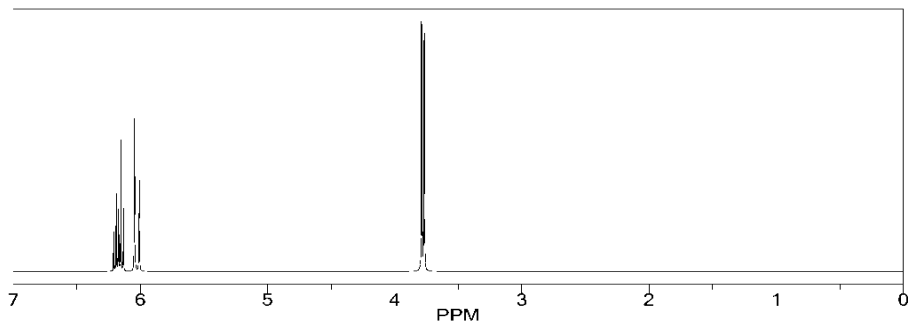
32. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



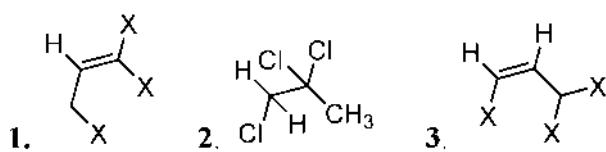
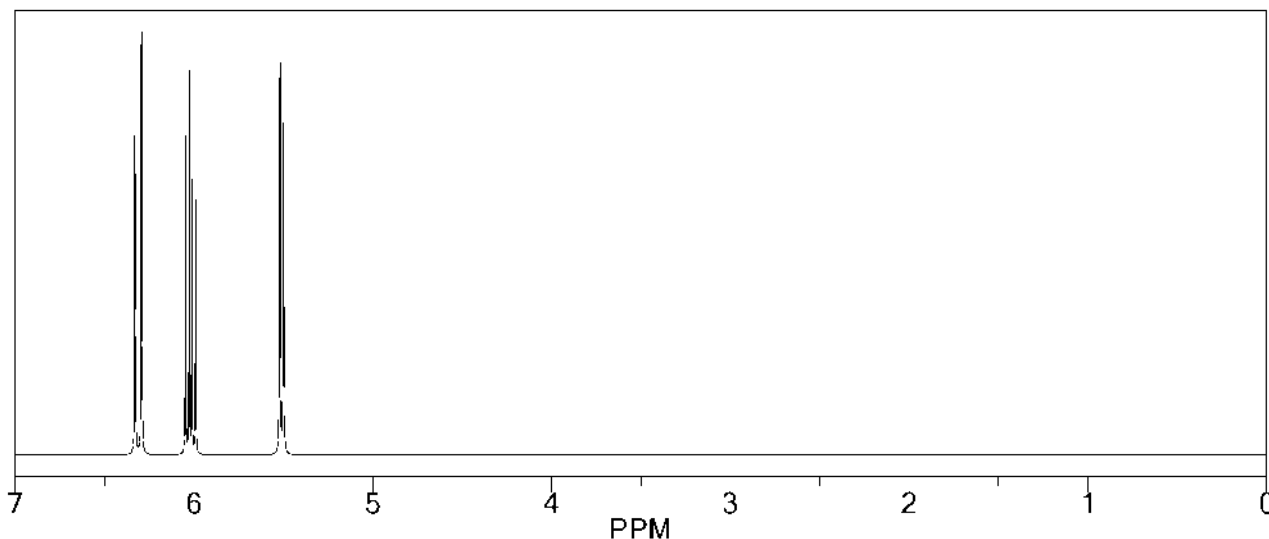
33. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



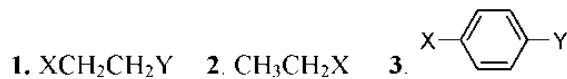
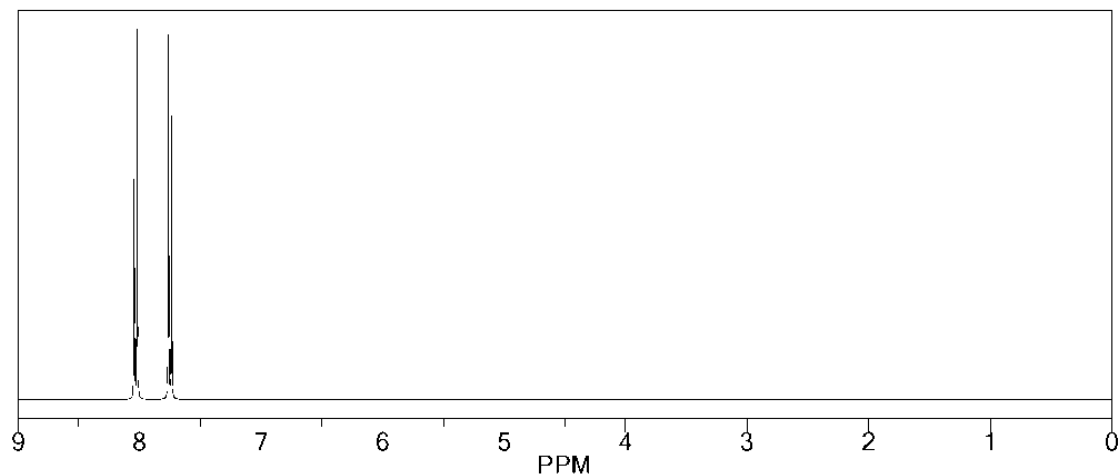
34. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



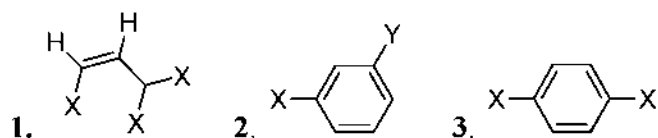
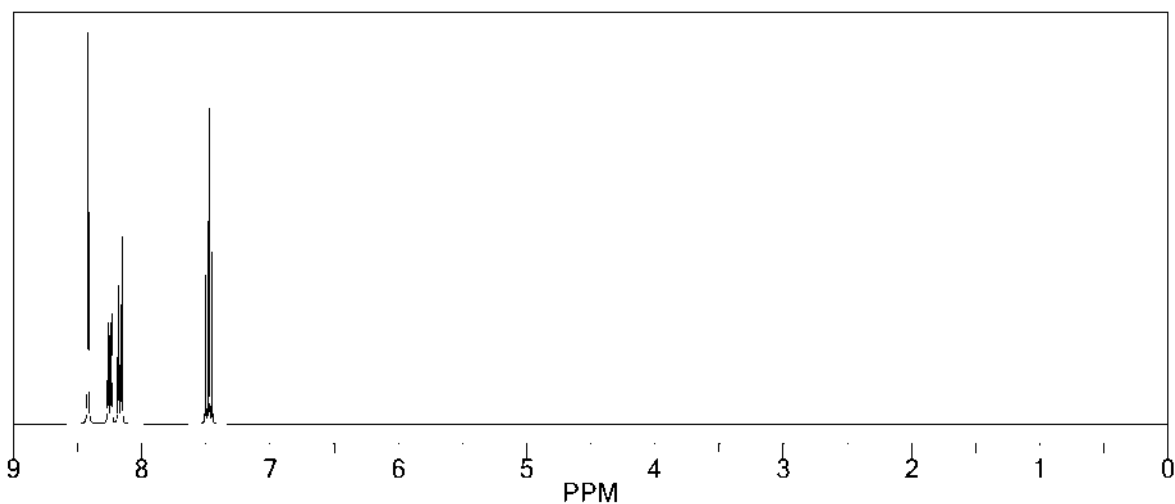
35. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



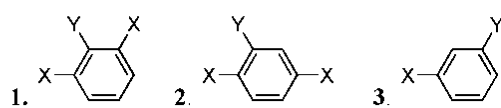
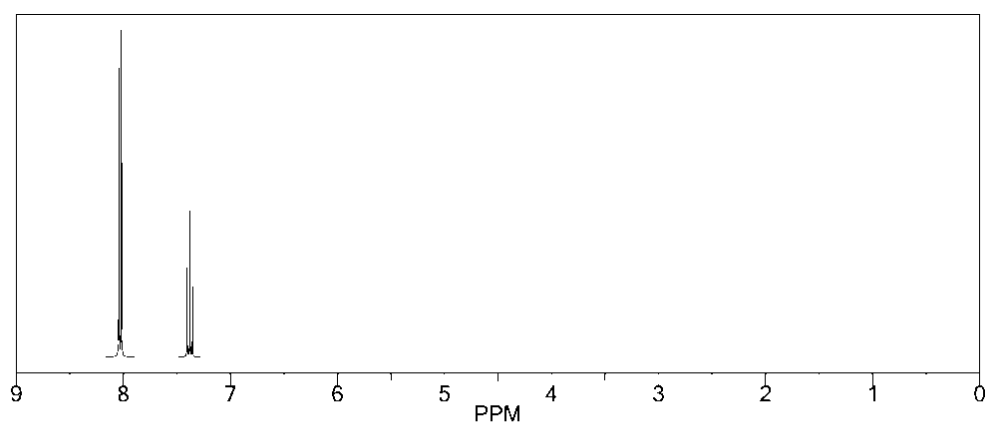
36. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



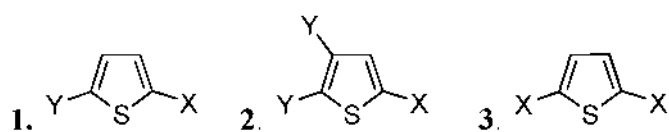
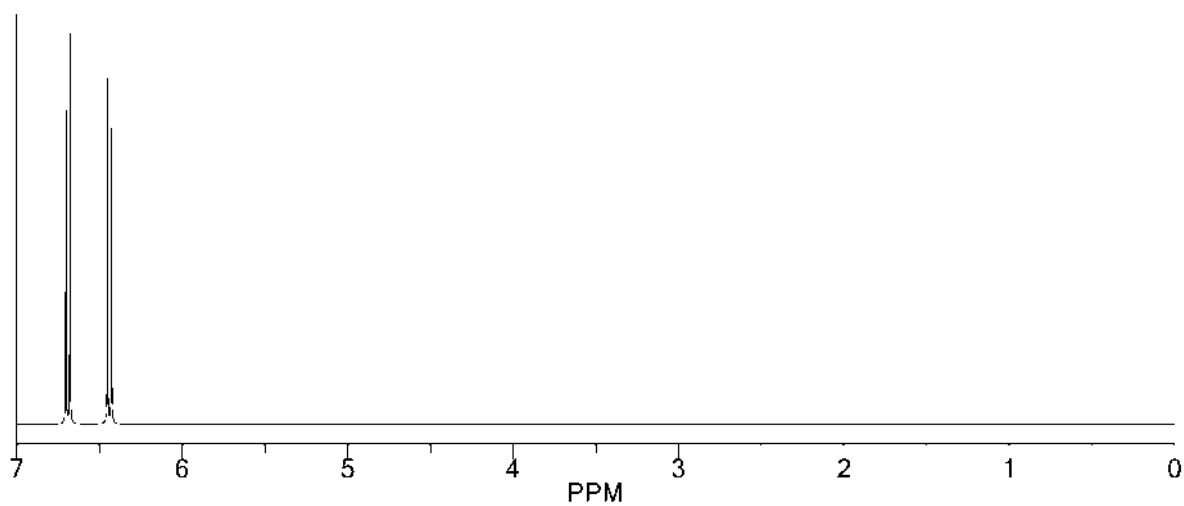
37. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



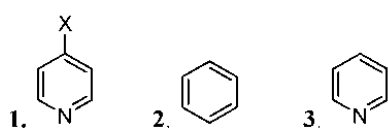
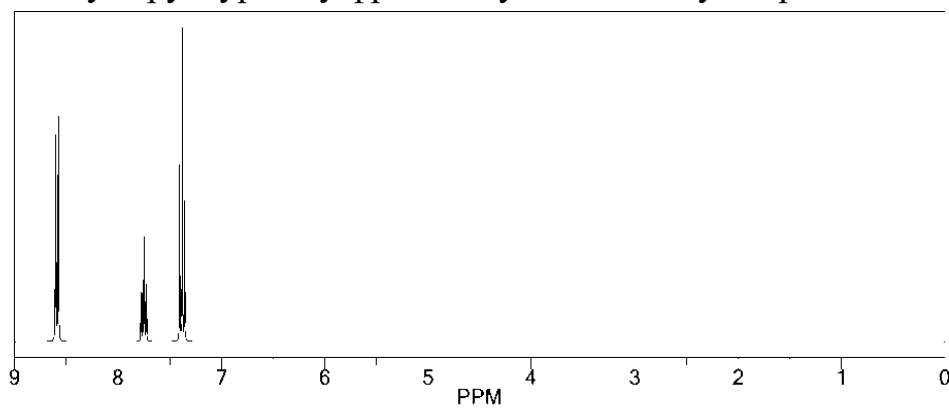
38. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



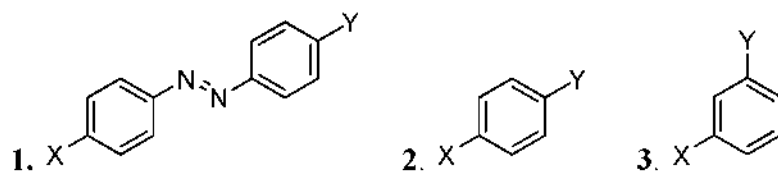
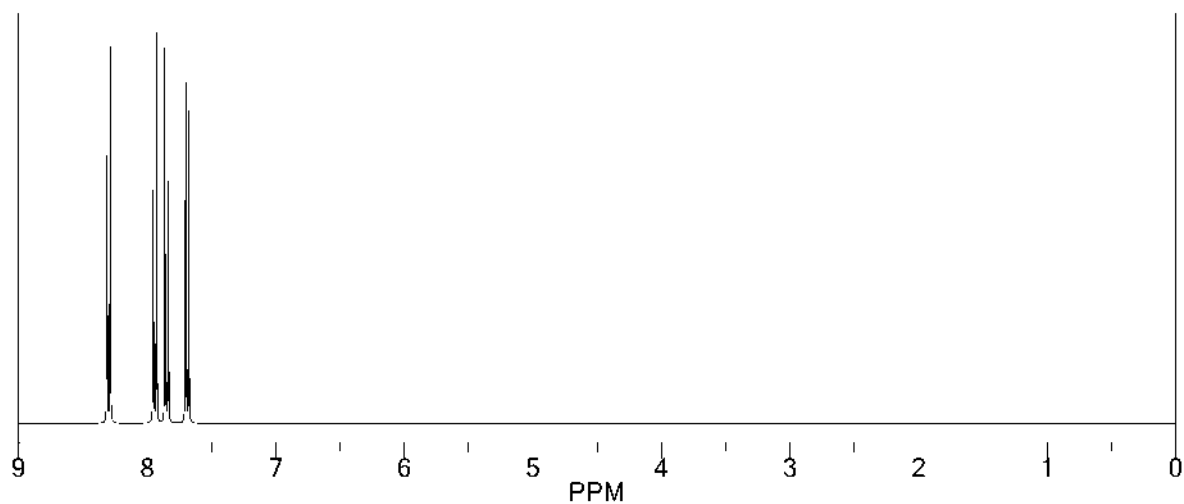
39. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?

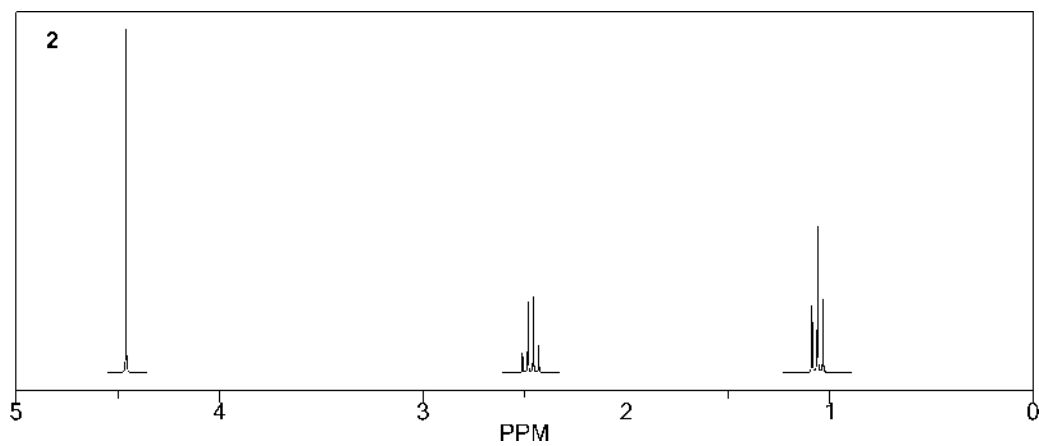
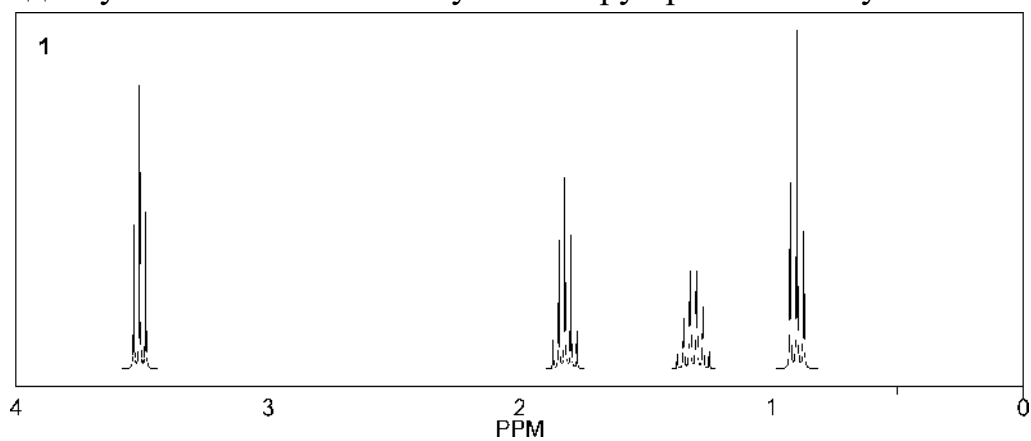


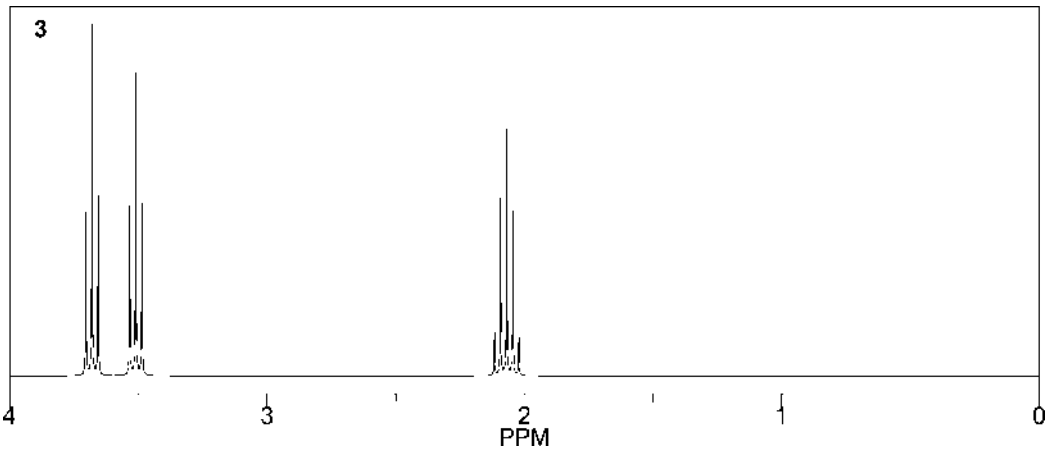
40. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



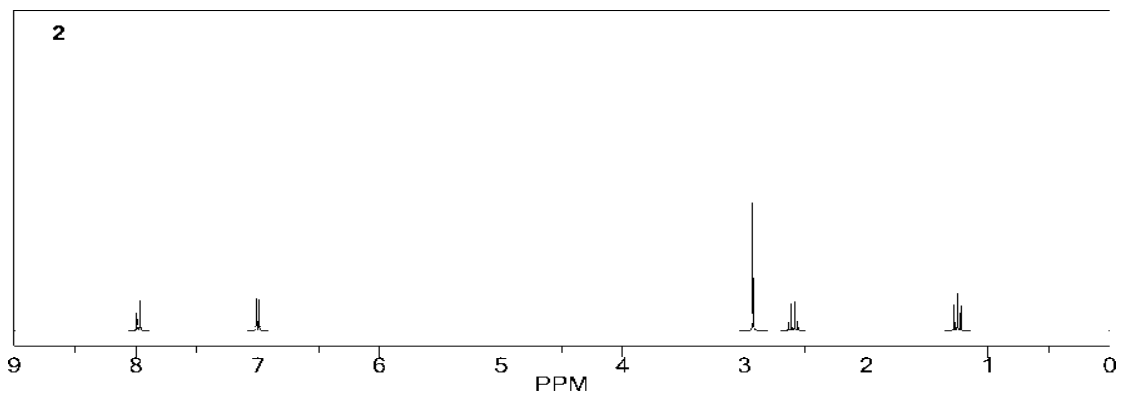
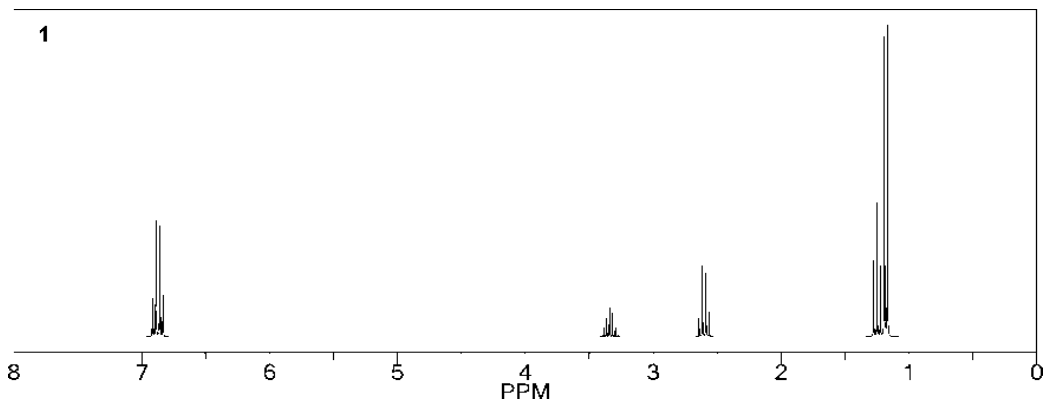
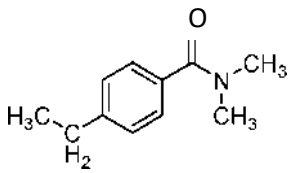
41. Какой из предложенных спектров по мультиплетности и химическому сдвигу сигналов соответствует спектру бромистого бутила ?

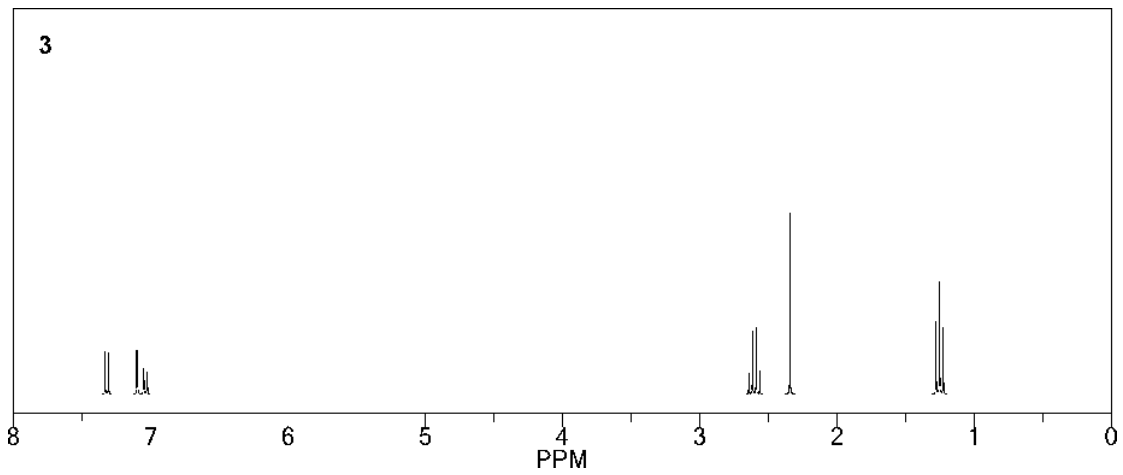




42. Выберите номер правильного ответа

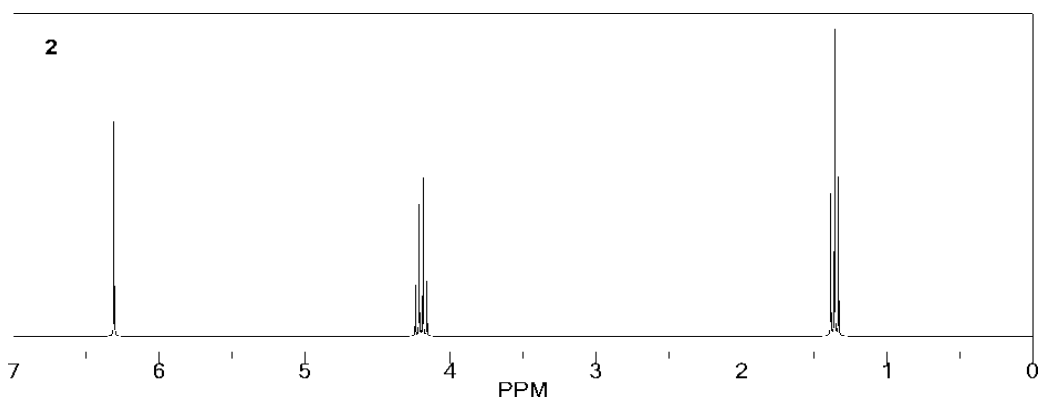
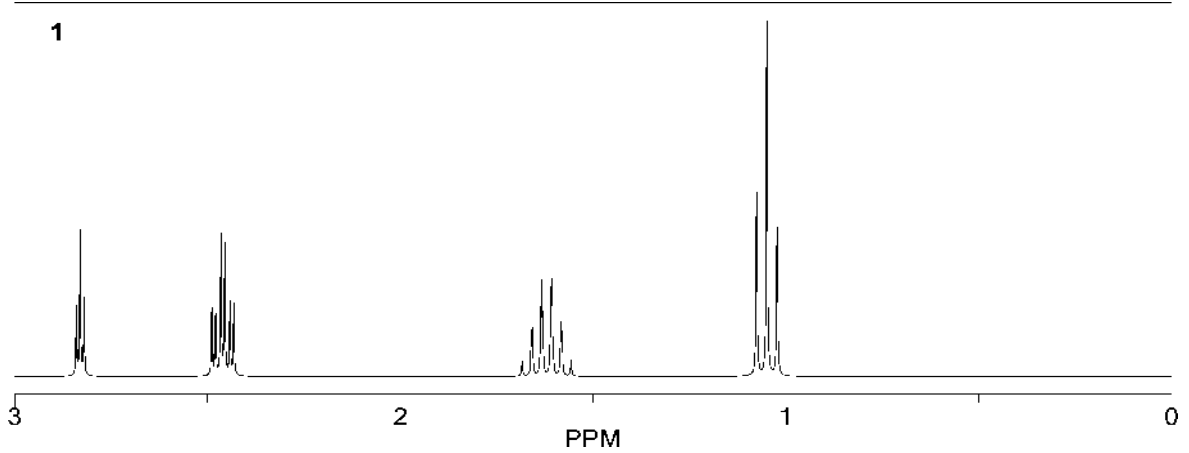
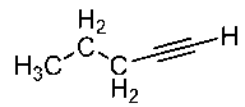
Какой из предложенных спектров по мультиплетности и химическому сдвигу сигналов соответствует спектру N,N-диметил-4-этилбензамида?

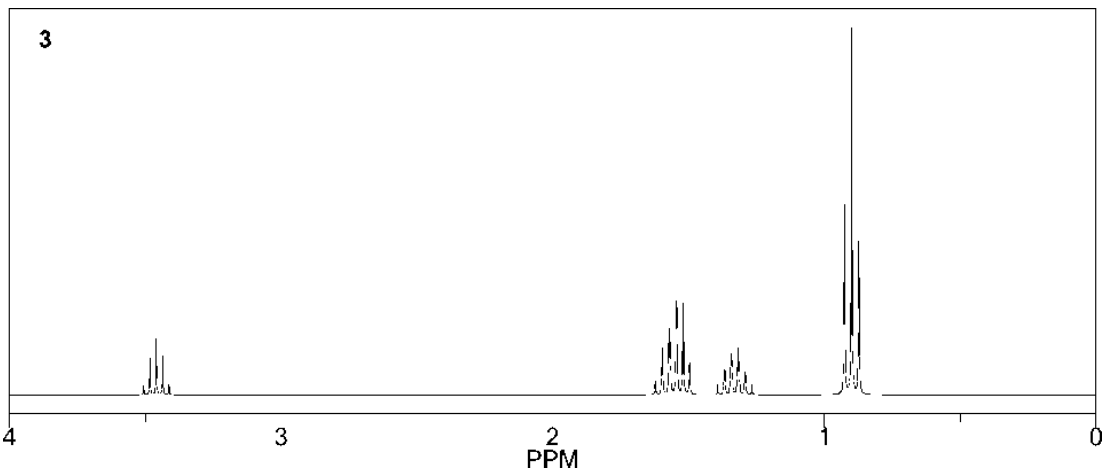




43. Выберите номер правильного ответа

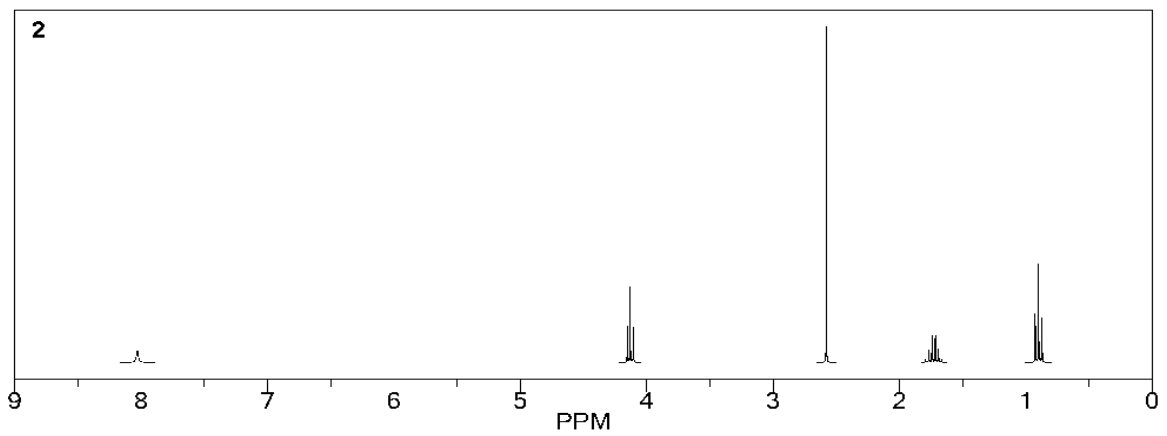
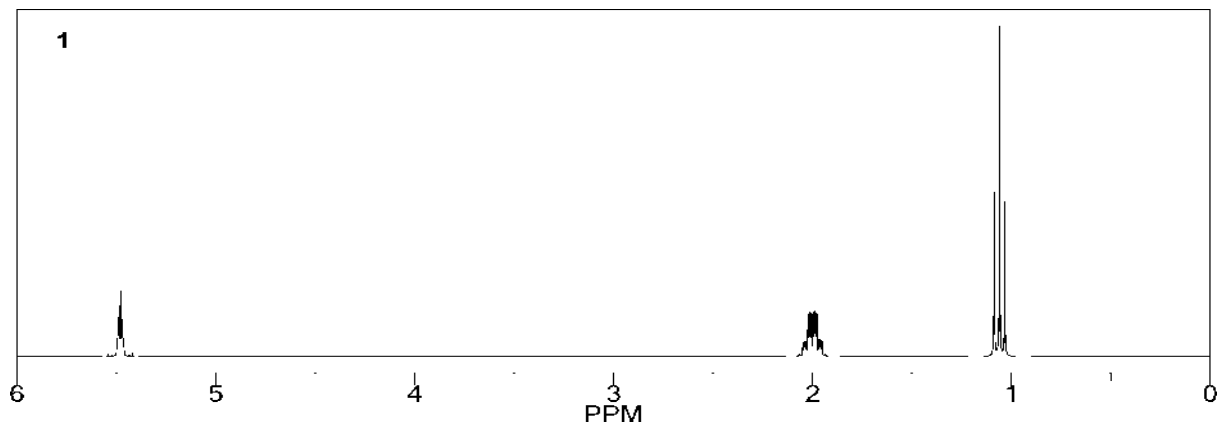
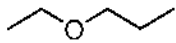
Какой из предложенных спектров по мультиплетности и химическому сдвигу сигналов соответствует спектру пент-1-ина ?

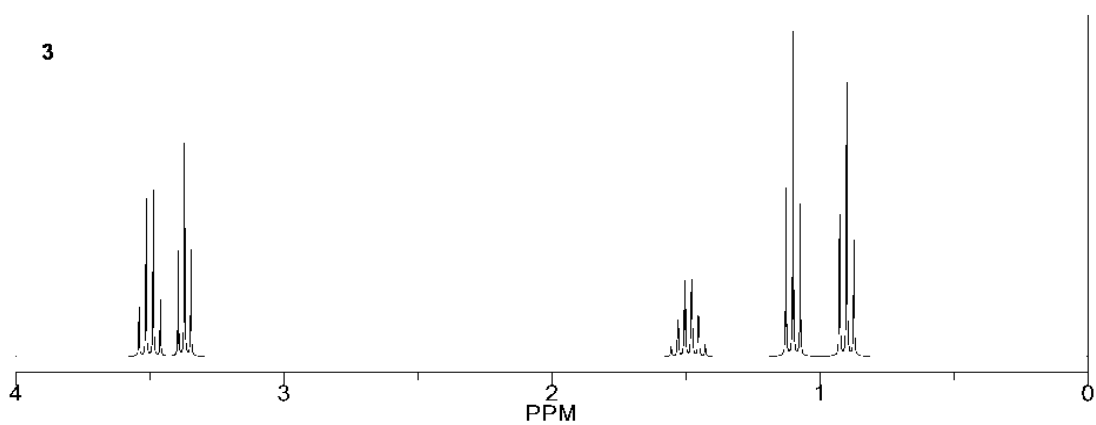




44. Выберите номер правильного ответа

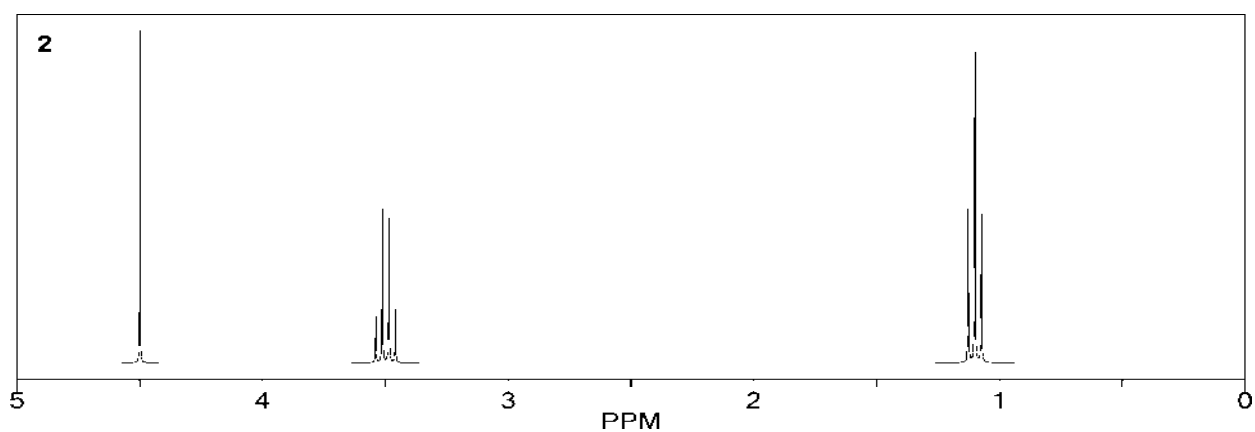
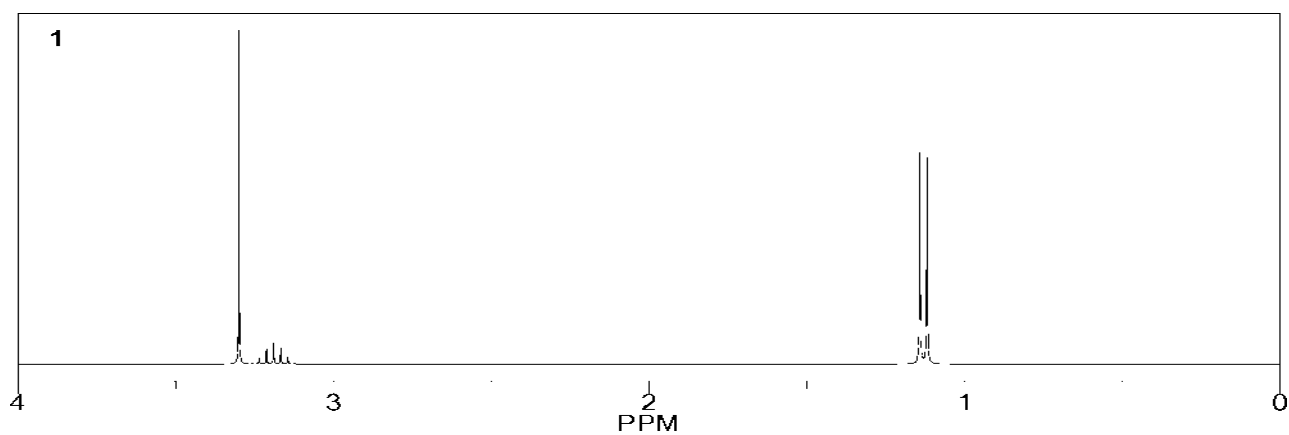
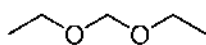
Какой из предложенных спектров по мультиплетности и химическому сдвигу сигналов соответствует спектру 1-этоксипропана?

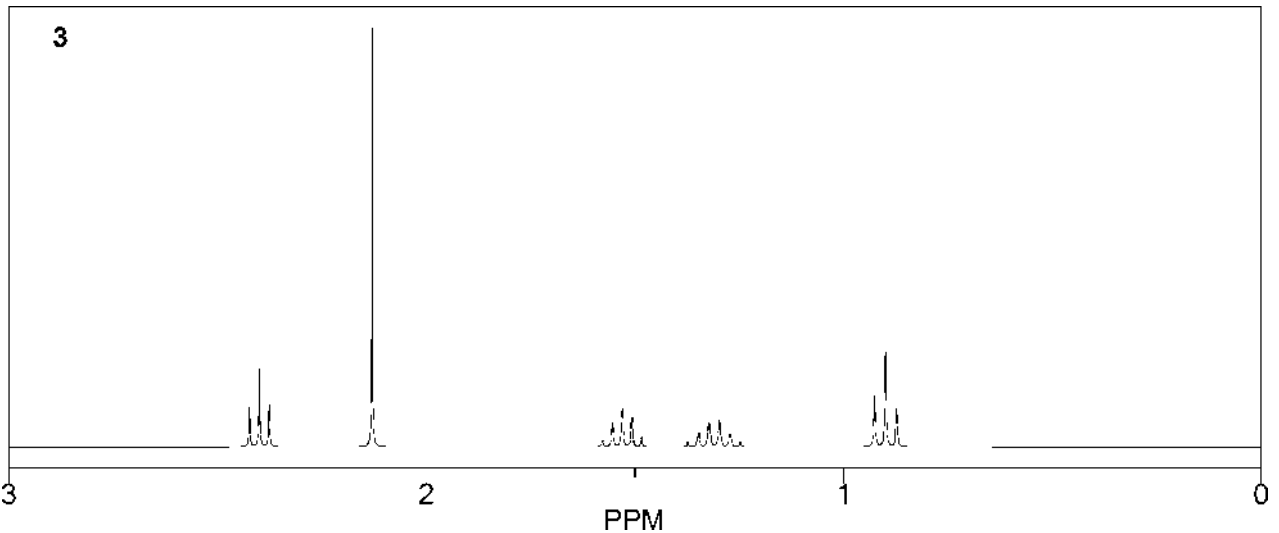




45. Выберите номер правильного ответа

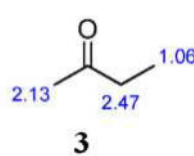
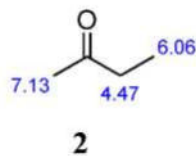
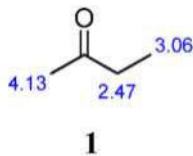
Какой из предложенных спектров по мультиплетности и химическому сдвигу сигналов соответствует спектру диэтоксиметана?





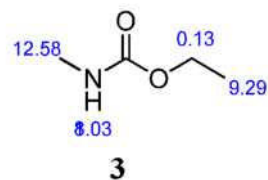
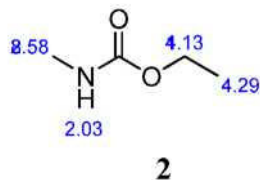
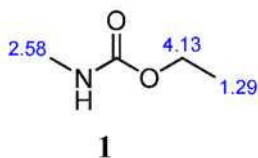
46. Выберите номер правильного ответа

Какой структуре приписаны правильные значения химических сдвигов магнитно-эквивалентных протонов?



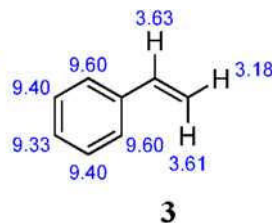
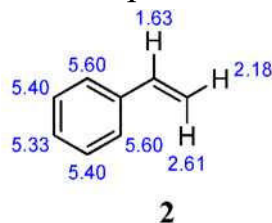
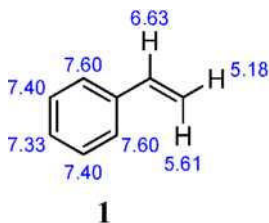
47. Выберите номер правильного ответа

Какой структуре приписаны правильные значения химических сдвигов магнитно-эквивалентных протонов?



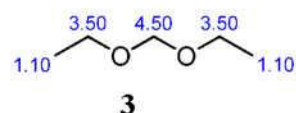
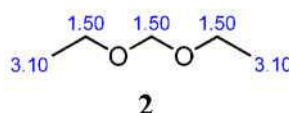
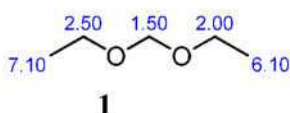
48. Выберите номер правильного ответа

Какой структуре приписаны правильные значения химических сдвигов магнитно-эквивалентных протонов?



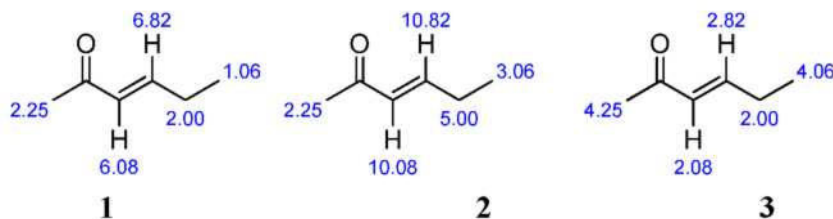
49. Выберите номер правильного ответа

Какой структуре приписаны правильные значения химических сдвигов магнитно-эквивалентных протонов?



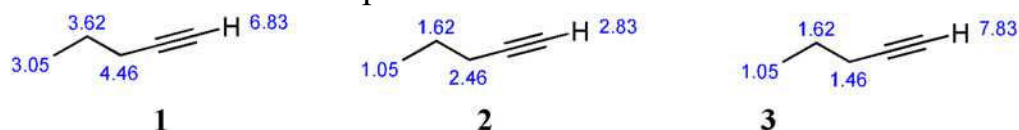
50. Выберите номер правильного ответа

Какой структуре приписаны правильные значения химических сдвигов магнитно-эквивалентных протонов?



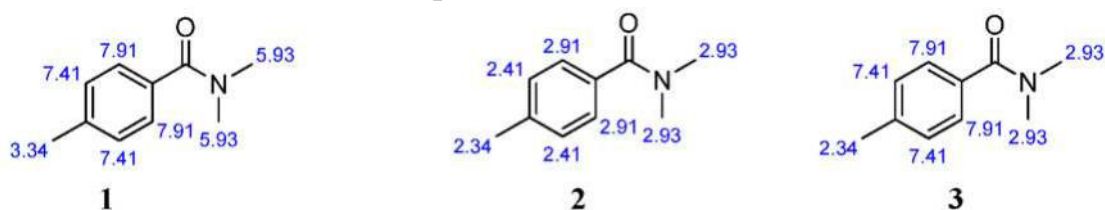
51. Выберите номер правильного ответа

Какой структуре приписаны правильные значения химических сдвигов магнитно-эквивалентных протонов?



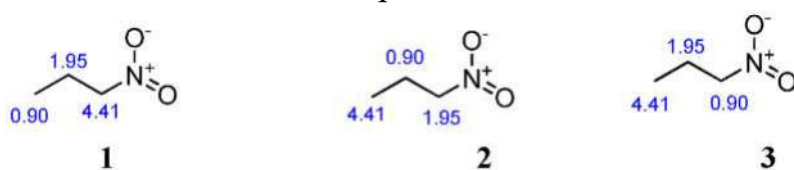
52. Выберите номер правильного ответа

Какой структуре приписаны правильные значения химических сдвигов магнитно-эквивалентных протонов?



53. Выберите номер правильного ответа

Какой структуре приписаны правильные значения химических сдвигов магнитно-эквивалентных протонов?



54. Выберите номер правильного ответа

Какой структуре приписаны правильные значения химических сдвигов магнитно-эквивалентных протонов?



55. Выберите номер правильного ответа

Какой структуре приписаны правильные значения химических сдвигов магнитно-эквивалентных протонов?

