



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования

«Дальневосточный федеральный университет»
(ДФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК



«СОГЛАСОВАНО»
Руководитель ОП

Капустина А.А.
(Ф.И.О.)

«05» февраля 2021 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Заведующий кафедрой

Капустина А.А.
(Ф.И.О.)

«05» февраля 2021 г.



РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ
Физические методы исследования
Направление подготовки 04.03.01 Химия
(фундаментальная химия)
Форма подготовки очная

курс 3 семестр б
лекции 36 час.
практические занятия 36 час.
лабораторные работы не предусмотрены
в том числе с использованием МАО лек. 0 /пр. 0 /лаб. 0 час.
всего часов аудиторной нагрузки 72 час.
самостоятельная работа 36 час.
в том числе на подготовку к экзамену 0 час.
контрольные работы не предусмотрены
курсовая работа / курсовой проект не предусмотрены
зачет с оценкой б семестр
экзамен не предусмотрен

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями Федерального государственного образовательного стандарта по направлению подготовки 04.03.01 Химия, утвержденным приказом Министерства образования и науки РФ от 17 июля 2017 г. № 671.

Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры органической химии, протокол № 763(1/21) от «27» января 2021 г

Заведующий кафедрой: Жидков М.Е.

Составитель: Слабко О.Ю.

Владивосток
2021

I. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры/департамента:

Протокол от « _____ » _____ 20__ г. № _____

Заведующий кафедрой _____

(подпись) (И.О. Фамилия)

II. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от « _____ » _____ 20__ г. № _____

Заведующий кафедрой _____

(подпись) (И.О. Фамилия)

III. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от « _____ » _____ 20__ г. № _____

Заведующий кафедрой _____

(подпись) (И.О. Фамилия)

IV. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от « _____ » _____ 20__ г. № _____

Заведующий кафедрой _____

(подпись) (И.О. Фамилия)

1. Цели и задачи освоения дисциплины:

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 аппаратным 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.

Общепрофессиональные компетенции выпускников и индикаторы их достижения:

Категория (группа) общепрофессиональных компетенций	Код и наименование общепрофессиональной компетенции	Код и наименование индикатора достижения общепрофессиональной компетенции
Общепрофессиональные навыки	ОПК-1 Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений	ОПК-1.1. Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов ОПК-1.2. Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии ОПК-1.3. Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической

		направленности
Представленные результаты профессиональной деятельности	<p>ОПК-2 Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием</p>	<p>ОПК-2.1. Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности ОПК-2.2. Проводит синтез веществ и материалов разной природы с использованием имеющихся методик ОПК-2.3. Проводит стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе ОПК-2.4. Проводит исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования</p>

	<p>ОПК-6 Способен представлять результаты своей работы в устной и письменной форме в соответствии с нормами и правилами, принятыми в профессиональном сообществе</p>	<p>ОПК-6.1. Представляет результаты работы в виде отчета по стандартной форме на русском языке</p> <p>ОПК-6.2. Представляет информацию химического содержания с учетом требований библиографической культуры</p> <p>ОПК-6.3. Представляет результаты работы в виде тезисов доклада на русском и английском языке в соответствии с нормами и правилами, принятыми в химическом сообществе</p> <p>ОПК-6.4. Готовит презентацию по теме работы и представляет ее на русском и английском языках</p>
--	---	--

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Наименование показателя оценивания (результата обучения по дисциплине)
ОПК-1.1 Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов	Знает основные методы экспериментов, измерений и расчетов свойств веществ и материалов
	Умеет воспринимать и развивать теоретические основы разделов химии при решении профессиональных задач
	Владеет методами систематизации и анализа результатов наблюдений и экспериментов...
ОПК-1.2 Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии	Знает теоретические основы традиционных и новых разделов химии
	Умеет производить интерпретацию результатов экспериментов
	Владеет навыками анализа и интерпретации собственных результатов экспериментов и расчетно-теоретических работ
ОПК-1.3 Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности	Знает способы оценивания результатов, литературных данных и собственных экспериментальных работ с использованием физико-химических методов
	Умеет формулировать заключения и выводы по результатам анализа и экспериментальных данных, полученных с использованием физико-химических методов
	Владеет навыками работы с литературными источниками и оценки собственных экспериментальных работ с использованием физико-химических методов

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Наименование показателя оценивания (результата обучения по дисциплине)
ОПК-2.1 Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности	Знает правила работы с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности при проведении физико-химических исследований
	Умеет работать с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности при проведении физико-химических исследований
	Владеет навыками работы с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности при проведении физико-химических исследований
ОПК-2.2 Проводит синтез веществ и материалов разной природы с использованием имеющихся методик	Знает методы синтеза веществ и материалов разной природы с использованием имеющихся методик
	Умеет проводить синтез веществ и материалов разной природы с использованием имеющихся методик
	Владеет навыками синтетической работы с использованием различных методик
ОПК-2.3 Проводит стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе	Знает стандартные операции для определения химического состава веществ с помощью физических методов исследования
	Умеет применять стандартные операции для определения химического состава веществ с помощью физических методов исследования
	Владеет методиками применения стандартных операций для определения химического состава веществ с помощью физических методов исследования
ОПК-2.4 Проводит исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования	Знает свойства веществ и материалов
	Умеет исследовать свойства веществ и материалов с использованием серийного оборудования с помощью физических методов исследования
	Владеет навыками использования серийного оборудования для физических методов исследования
ОПК-6.1 Представляет результаты работы в виде отчета по стандартной форме на русском языке	Знает стандартную форму представления результатов анализа с помощью физических методов исследования
	Умеет представлять результаты работы в виде отчета по стандартной форме
	Владеет навыками составления стандартного отчета по результатам анализа с помощью физических методов исследования
ОПК-6.2 Представляет информацию химического	Знает требования библиографической культуры

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Наименование показателя оценивания (результата обучения по дисциплине)
содержания с учетом требований библиографической культуры	Умеет представлять информацию химического содержания с учетом требований библиографической культуры
	Владеет навыками представления информации химического содержания
ОПК-6.3 Представляет результаты работы в виде тезисов доклада на русском и английском языке в соответствии с нормами и правилами, принятыми в химическом сообществе	Знает нормы и правила представления результатов использования физических методов исследования в виде тезисов докладов, принятые в химическом сообществе
	Умеет представлять результаты использования физических методов исследования в виде тезисов докладов
	Владеет навыками оформления результатов использования физических методов исследования в соответствии с нормами и правилами химического сообщества
ОПК-6.4 Готовит презентацию по теме работы и представляет ее на русском и английском языках	Знает правила подготовки презентации по теме работы
	Умеет готовить презентацию на русском и английском языке
	Владеет навыками оформления результатов работы в виде презентации

2. Трудоёмкость дисциплины и видов учебных занятий по дисциплине

Общая трудоёмкость дисциплины составляет 3 зачётные единицы (108 академических часов).

(1 зачетная единица соответствует 36 академическим часам)

Видами учебных занятий и работы обучающегося по дисциплине могут являться:

Обозначение	Виды учебных занятий и работы обучающегося
Лек	Лекции
Пр	Практические занятия
СР	Самостоятельная работа обучающегося в период теоретического обучения

Контроль	Самостоятельная работа обучающегося и контактная работа обучающегося с преподавателем в период промежуточной аттестации
----------	---

Структура дисциплины:

Форма обучения – очная.

№	Наименование раздела дисциплины	Семестр	Количество часов по видам учебных занятий и работы обучающегося						Формы промежуточной аттестации
			Лек	Лаб	Пр	ОК	СР	Контроль	
1	Введение. Обзор физических методов исследования. Метод ЯМР	6	18	-	12				Зачет с оценкой
2	Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия высокого разрешения	6	8	-	10	-	36	-	
3	Методы оптической спектроскопии	6	6	-	8				
4	Комплексное использование физических методов анализа	6	4	-	6				
	Итого:	6	36	-	36	-	36	-	

III. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

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

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

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

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

Введение. Краткие сведения о масс-спектрометрии. Образование и вид масс-спектра. Молекулярные ионы, многозарядные и метастабильные ионы.

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

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

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

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

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

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

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

Раздел III. Методы оптической спектроскопии (6 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 (2 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 физических методов анализа (4 час.)

Использование данных различных физических методов для определения состава и строения соединений. Разработка методики спектрального анализа, позволяющего однозначно охарактеризовать соединение с предполагаемой структурой. Анализ состава многокомпонентной системы.

IV. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ПРАКТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА И САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

Практические занятия (36 час.)

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

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

Занятие 3 (4 час): Контрольная работа №1 «Спектроскопия ЯМР ^1H ».

1. Контроль знаний по основам метода ЯМР ^1H .

Занятия 4, 5. Использование метода масс-спектрометрии в структурном анализе (6 час).

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

Занятие 6: Контрольная работа №2 «Использование методов ЯМР и масс-спектрометрии в структурном анализе» (4 час).

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

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

1. Знакомство с корреляционными таблицами частот в колебательных спектрах и их применением к интерпретации спектров.
2. Решение задач по интерпретации: ИК-спектров с помощью корреляционных таблиц.
3. Решение индивидуальных задач по интерпретации ИК-спектров.
4. Установление строения неизвестных соединений по их ИК-спектрам.
5. Вычисление длины волны, волнового числа и коэффициента молярной экстинкции из УФ-спектров.
6. Решение задач по использованию УФ-спектров в структурных исследованиях.
7. Решение задач на правило Вудворда-Физера. Влияние сопряжения, замещения, растворителя, процессов протонирования-депротонирования на УФ-спектры.
8. Комплексное использование физических методов для решения структурных задач.

Занятие 9: Контрольная работа №3 «Комплексное использование физических методов в структурном анализе» (6 час).

1. Контроль знаний по комплексному использованию физических методов в структурных исследованиях.

V. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ.

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся по дисциплине включает в себя:

- план-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине, в том числе примерные нормы времени на выполнение по каждому заданию;
- требования к представлению и оформлению результатов самостоятельной работы;
- выполнение домашнего задания; задания для самопроверки;
- критерии оценки выполнения самостоятельной работы.

План-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине

№ п/п	Дата/сроки выполнения	Вид самостоятельной работы	Примерные нормы времени на выполнение	Форма контроля
1.	9-11 недели	Подготовка к	8 час.	Опрос перед началом занятия.

		практическим занятиям, посвященным решению задач на применение метода ЯМР ^1H		Решение задач на применение метода ЯМР ^1H .
2.	12 неделя	Подготовка к выполнению контрольной работы №1 «Спектроскопия ЯМР ^1H ».	4 час.	Написание и защита контрольной работы №1.
3.	13, 14 недели	Подготовка к практическим занятиям, посвященным решению задач на использование метода масс-спектрометрии в структурном анализе	8 час.	Опрос перед началом занятия. Решение задач на применение метода масс-спектрометрии.
4.	15 неделя	Подготовка к выполнению контрольной работы №2 «Использование метода масс-спектрометрии в структурном анализе».	4 час.	Написание и защита контрольной работы №2.
5	16 неделя	Подготовка к практическим занятиям, посвященным решению задач на комплексное использование физических методов в структурном	8 час.	Опрос перед началом занятия. Решение задач на комплексное использование физических методов в структурном анализе.

		анализе		
6.	17 неделя	Подготовка к выполнению контрольной работы №3 «Комплексное использование физических методов в структурном анализе».	4 час.	Написание и защита контрольной работы №3.

Задание на дом к практическим занятиям № 1, 2

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 практическому занятию № 3

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 практическим занятиям № 4, 5

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 практическому 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 №2 «Применение метода масс-спектрометрии в структурном анализе».

Задание на дом к практическим занятиям № 7, 8

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 практическому занятию № 9

Просмотреть материал лекций, учебники и методические пособия, решить самостоятельно рекомендованные задачи для самостоятельного решения из учебного пособия и подготовиться к выполнению контрольной

работы №2 «Комплексное применение физических методов в структурном анализе».

Контрольные задания для самопроверки.

Общие вопросы

1. Какие признаки положены в основу деления шкалы электромагнитных волн на диапазоны и каковы особенности оптического диапазона?

2. Как связано волновое число с длиной волны ?

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

3. Наибольшая энергия требуется:

- 1) для возбуждения электронов;
- 2) для возбуждения колебаний атомов в молекуле;
- 3) для возбуждения вращений молекулы;
- 4) для переориентации спинов ядер.

4. Каково соотношение между энергиями электронных E_e , колебательных E_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 ангармоничности.
- 3) Энергия диссоциации у D_2 больше, чем у H_2 .
- 4) Энергия диссоциации у H_2 больше, чем у D_2 .

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

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

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

12. Какие изменения произойдут в инфракрасном спектре поглощения

- изопропилового спирта после его обработки хлористым бензоилом?
13. Какие изменения произойдут в инфракрасном спектре поглощения изопропилового спирта после его обработки хлористым ацетилом?
14. Какие основные изменения произойдут в инфракрасном спектре поглощения циклопентанона после его обработки этиленгликолем в кислой среде?
15. Какие характерные различия можно ожидать в инфракрасном спектре поглощения для следующих соединений :
- а) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$, $(\text{CH}_3)_2\text{CHNH}_2$ и $(\text{CH}_3)_3\text{N}$
 б) $(\text{CH}_3)_2\text{CH-O-CH}(\text{CH}_3)$, $(\text{CH}_3)_3\text{C-O-CH}_2\text{CH}_3$ и $(\text{CH}_3)_3\text{C-O-N}$
 в) $(\text{CH}_3)_2\text{CH-OH}$ и $(\text{CH}_3)_2\text{CH-O-CH}(\text{CH}_3)_2$
 г) $\text{CH}\equiv\text{CCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$, $\text{CH}_3\text{C}\equiv\text{CCH}_2\text{CH}_3$ и $\text{CH}\equiv\text{CCH}(\text{CH}_3)_2$
 д) $\text{CH}_3\text{CH}=\text{CHCH}_3$, $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)_2$, $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{CH}_3$ и $(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{C}(\text{CH}_3)_2$
 е) дипропиламин, анилин и трифениламин.

16. В ИК-спектре молекулы CS_2 наблюдаются две основные частоты при 399 и 1552 см^{-1} , а в КР-спектре — одна при 671 см^{-1} . На основании этих данных укажите, какова геометрия молекулы сероуглерода и какие колебания проявляются (активны) в ИК-спектре.
17. Молекула ацетилена в основном состоянии имеет линейное строение, а в возбужденном состоянии принимает нелинейную транс-конфигурацию. Одинаково ли число основных частот колебаний этих двух состояний?
18. В инфракрасном спектре поглощения (2-оксиэтил)-циклопентадиена, полученном в тонком слое, имеется широкая полоса поглощения в области $3600\text{--}3100 \text{ см}^{-1}$. При записи спектра в разбавленном ($0,01 \text{ M}$) 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) гипсохромному сдвигу и гипохромному эффекту;
- 4) гипсохромному сдвигу и гиперхромному эффекту.

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

9. Электронные спектры поглощения бутанона-2 и бутен-3-она-2 в области

220–350 нм имеют один максимум: при 270 нм ($\epsilon \approx 17$) — спектр А и при 315 нм ($\epsilon \approx 28$) — спектр Б. Какому веществу принадлежит каждый спектр?

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

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

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

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

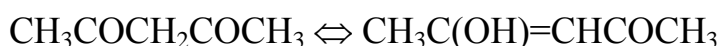
14. При нагревании образца этилциклопентадиена ($\lambda_{\text{макс}} = 247$ нм, $\epsilon \approx 3400$) в течении 0,5; 1,5; 2,5; 4 ч в спектре поглощения наблюдается уменьшение мольного коэффициента поглощения и составляет 2800, 2050, 1650, 1100 соответственно. Определите для каждого момента времени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

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

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

17. Как будет изменяться УФ-спектр поглощения фенола в водном растворе при изменении кислотности среды от сильнокислой до щелочной?
18. Для ряда линейных полициклических ароматических углеводородов общей формулы $C_nH_{0,5n+3}$ (где $n = 14, 18, 22$) в электронных спектрах поглощения имеются максимумы поглощения при 380 нм ($\epsilon \sim 7900$), 480 нм ($\epsilon \sim 11000$) и 580 нм ($\epsilon \sim 12600$). Соотнесите данные спектров с формулами кислот.
19. Электронные спектры поглощения метиловых эфиров бензойной и фенилуксусной кислот имеют в интервале 220 – 350 нм имеют один максимум: при 260 нм ($\lg \epsilon \sim 2,2$) — спектр А и при 285 нм ($\lg \epsilon \sim 3,1$) — спектр Б. Какому веществу соответствует каждый спектр?
20. Для ряда непредельных кислот $CH_3(CH=CH)_nCOOH$ (где $n = 2, 3, 4$) в электронных спектрах поглощения имеются максимумы поглощения при 260 нм ($\epsilon \sim 6500$), 310 нм ($\epsilon \sim 9000$) и 330 нм ($\epsilon \sim 11000$). Соотнесите данные спектров со структурами кислот.
21. Какие изменения в электронном спектре поглощения циклопропанона следует ожидать после гидратации?
22. Электронные спектры поглощения бутадиена-1,3 и гексадиена-2,4 в области 200–250 нм имеют один максимум : при 217 нм ($\epsilon \sim 21000$) — спектр А и при 227 нм ($\epsilon \sim 23000$) — спектр Б. Какому веществу принадлежит каждый спектр?
23. В каком растворителе, CCl_4 или CH_3CN , больше вероятность зарегистрировать тонкую колебательную структуру электронного перехода растворенного соединения? Почему?
24. Можно ли отличить методами оптической спектроскопии внутри- и межмолекулярную водородную связь? Аргументируйте ответ конкретными примерами.
25. Определите константу кето-енольной таутомерии ацетилацетона для растворов вещества в гексане, этаноле и воде, если в указанной области

молярный коэффициент поглощения равен 11200, 9500 и 1900 соответственно. Объясните, полученные результаты.



кето-форма

енольная форма

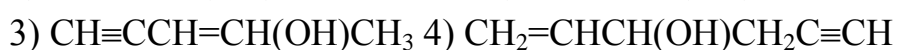
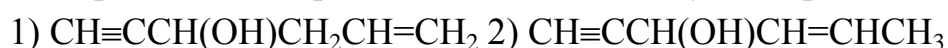
$\lambda_{\text{макс}} 275 \text{ нм} (\epsilon \sim 100)$ $\lambda_{\text{макс}} 270 \text{ нм} (\epsilon \sim 12000)$

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

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

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

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



ЯМР-спектроскопия

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

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

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

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

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

5. Соединение с брутто-формулой $\text{C}_4\text{H}_9\text{ON}$ имеет в спектре ПМР три

синглета равной интенсивности. Укажите каково возможное строение соединения.

6. Сложный эфир $C_4H_6O_2Cl_2$ дает в спектре ПМР следующие сигналы (δ , м.д.): 1,25 (триплет); 4,35 (квадруплет); 5,95 (синглет); соотношение интенсивностей сигналов 3:2:1. Укажите формулу вещества.

7. Какой вид имеет спектр ПМР азобисизобутиронитрила, структурная формула которого $NC(CH_3)_2CN=NC(CH_3)_2CN$?

8. Укажите число и характер резонансных сигналов в спектре ПМР 2,2,4-триметилпентана.

9. Сколько сигналов и с каким соотношением интенсивностей содержит спектр ПМР 4-метилпентанон-2-ола-4?

10. В спектре ПМР смеси галогенпроизводных $C_2H_2Cl_4$ и $C_2H_2Br_4$ имеются два одинаковых по интенсивности синглета. Каковы возможные структуры компонентов?

11. Какова структура углеводорода C_3H_4 , в спектре ПМР которого имеется один сигнал?

12. Сколько сигналов и с каким соотношением интенсивностей содержит спектр ПМР 2-метилбутанона-3.

13. Укажите число сигналов, характер расщепления сигналов и их интенсивность в спектре ПМР метилового эфира 2-метилпропановой кислоты.

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

15. Предскажите характер ПМР-спектра этилового спирта с добавками кислоты.

16. Какие характерные различия можно ожидать в ПМР-спектре для

следующих соединений :



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:

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

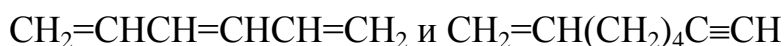
4. Масс-спектр пропанола имеет следующий вид $m/z = 27(14), 28(11), 29(17), 31(100), 39(6), 41(10), 42(13), 43(4), 45(5), 58(5), 59(15), 60(10)$. Какому из

изомерных спиртов он принадлежит? Объясните пути образования основных осколочных ионов.

Комбинированные задачи

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

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



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

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

4. С помощью каких спектров проще различить следующие соединения:

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

Методические рекомендации по организации самостоятельной работы 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.

1. 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 (лабораторных) занятий, указана необходимая литература.

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

2. Рекомендации по работе с учебной и научной литературой.

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

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

3. Рекомендации по подготовке к практическим (лабораторным) занятиям, 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.

Критерии оценки выполнения самостоятельной работы.

Оценивание подготовки к практическим занятиям 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.

VI. КОНТРОЛЬ ДОСТИЖЕНИЯ ЦЕЛЕЙ КУРСА

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

			контроль	аттестация	
1.	РАЗДЕЛ 1. Введение. Обзор физических методов исследования. Метод ядерного магнитного резонанса Тема 1. Обзор важнейших физметодов исследования	ОПК-1.1-1.3	Знает	Проверка готовности к практическому занятию №1. Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1, 2
			Умеет	Проверка готовности к занятию №1 с помощью фонда тестовых заданий (ПР -1). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 3, 4
			Владеет	Проверка владения представлениям и 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 , ^{13}C . Раздел II. Масс-спектрометрия и хромато-масс-	ОПК-2.1-2.4	Знает	Проверка готовности к практическим занятиям №№2, 4,5 (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 3,6 (ПР-2). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№7, 9, 10, 20, 23, 30, 35, 36, 39, 42, 44, 46

	<p>спектрометрия высокого разрешения. Тема 1. Введение. Обзор важнейших разновидностей использования метода масс-спектрометрии. Теория метода. Тема 2. Обработка и анализ масс-спектра. Раздел III. Методы оптической спектроскопии. Тема 1. Инфракрасная спектроскопия. Тема 2. Электронная спектроскопия.</p>				
3.	<p>Раздел IV. Комплексное использование физико-химических методов анализа.</p>	ОПК-6.1-6.4	<p>Знает</p>	<p>Проверка готовности к практическим занятиям №№7, 8 (УО-1).</p>	<p>Вопросы к зачету №№ 3, 12, 17, 18, 32, 34-37, 45, 46, 49</p>
			<p>Умеет</p>	<p>Групповой разбор задач. (УО-4).</p>	<p>Вопросы к зачету №№ 3, 12, 17, 18, 32, 34-37, 45, 46, 49</p>
			<p>Владеет</p>	<p>Выполнение контрольной работы на занятии 9 (ПР-2). Итоговый тест (ПР-1). Собеседование (УО-1).</p>	<p>Вопросы к зачету №№ 3, 12, 17, 18, 32, 34-37, 45, 46, 49</p>

VII. СПИСОК УЧЕБНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Основная литература:

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

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

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

Дополнительная литература.

1. 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>

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

VIII. 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.

Описание последовательности действий, обучающихся при изучении дисциплины

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

Освоение дисциплины включает несколько составных элементов учебной деятельности:

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

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

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

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

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

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

Рекомендации по работе с литературой

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

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

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

Используйте основные установки при чтении научного текста:

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

Для работы с научными текстами применяйте следующие виды чтения:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

5. Конспектирование – краткое и последовательное изложение содержания прочитанного.

Подготовка к практическим занятиям

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

Подготовка к зачету

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

В начале курса проводится интенсивное введение в предмет. Практические занятия и лабораторные работы 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.

Обратная связь обеспечивается тем, что лектор ведет также практические и лабораторные занятия и может корректировать лекционный материал в зависимости от полученных контрольных точек результатов в усвоении материала. Такая форма преподавания позволяет более гибко подходить к разделению занятий на лекционные и практические: после прохождения какой-то части лекционного материала его можно сразу же закрепить решением нескольких задач.

Практические и лабораторные занятия происходят 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, на практических и лабораторных занятиях 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 и защита контрольных работ.

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

- 1) в ходе прохождения дисциплины посетить не менее 50% занятий;
- 2) написать и защитить три контрольных работы.

Работа студента на семинарах также оценивается преподавателем. Студент может получить оценку за выполнение самостоятельных мини-работ, за быстрое и правильное решение задач на практическом занятии (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) написать и защитить 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

IX. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

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.

Материально-техническое и программное обеспечение дисциплины

Наименование специальных помещений и помещений для самостоятельной работы	Оснащенность специальных помещений и помещений для самостоятельной работы	Перечень лицензионного программного обеспечения. Реквизиты подтверждающего документа
690922, Приморский край, г. Владивосток, о. Русский, кампус ДВФУ, п. Аякс, 10, Корпус L, ауд. L 560 (учебные аудитории для проведения занятий лекционного типа, занятий семинарского типа, групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации)	Парты и стулья, экран проекционный SENSSCREEN ES-431150 150* настенно-потолочный моторизированный, покрытие Matte White, 4:3, размер рабочей поверхности 305*229 , проектор BenQ MW 526 E	Win EDU E3 Per User AAD Microsoft 365 Apps for enterprise EDU
690922, Приморский край, г. Владивосток, о. Русский, кампус ДВФУ, п. Аякс, 10, Корпус L, ауд. L 632 (учебные аудитории для проведения занятий лекционного типа, занятий семинарского типа, групповых и индивидуальных	Парты и стулья, экран проекционный SENSSCREEN ES-431150 150* настенно-потолочный моторизированный, покрытие Matte White, 4:3, размер рабочей поверхности 305*229 , проектор BenQ MW 526 E	Win EDU E3 Per User AAD Microsoft 365 Apps for enterprise EDU

консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации)		
690922, Приморский край, г. Владивосток, остров Русский, полуостров Саперный, поселок Аякс, 10, корпус А, ауд. А1017 (аудитория для самостоятельной работы)	<p>Читальные залы Научной библиотеки ДВФУ с открытым доступом к фонду: Моноблок Lenovo C360G-i34164G500UDK – 15 шт.</p> <p>Интегрированный сенсорный дисплей Polymedia FlipBox - 1 шт.</p> <p>Копир-принтер-цветной сканер в e-mail с 4 лотками Xerox WorkCentre 5330 (WC5330C – 1 шт.</p> <p>Скорость доступа в Интернет 500 Мбит/сек.</p> <p>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</p>	Win EDU E3 Per User AAD Microsoft 365 Apps for enterprise EDU
Лаборатория молекулярного анализа L461-476 (лаборатория атомной спектроскопии и молекулярных методов анализа: сектор ИК, КР спектроскопии, УФ и ВИД спектроскопии, сектор термоанализа)	<p>Шкаф вытяжной для мытья посуды, шкаф вытяжной для работы с ЛВЖ, столешница - FRIDURIT 20 (в комплекте) ЛАБ-PRO Ш,</p> <p>шкаф вытяжной для мытья посуды, столешница - TRESPA, 2 чаши размером 430*380*285,</p> <p>шкаф вытяжной для работы с ЛВЖ, столешница - FRIDURIT 20 (в комплекте) ЛАБ-PRO Ш,</p> <p>магнитная мешалка MR 30001 (Heidolph. Германия) с подогревом до 300 С,</p> <p>Мельница вертикальная планетарная TENCAN -</p>	

	1 шт. Бидистиллятор - 1 шт. Весы технические - 1 шт., весы аналитические - 1 шт. хроматомасс- спектрометр GC/MSAgilent 6890/5975B – 2 шт.; хроматомасс- спектрометр HPLCAgilent 1200 MS/TOF 6210 – 1 шт.; хроматомасс-спектрометр HPLC/MSHP 1000 – 1 шт.; ICPE 9000 эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой – 1 шт.; водородный генератор Parker – 1 шт.	
--	---	--

X. ФОНДЫ ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

№ 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	ОПК-1.1-1.3	Знает	Проверка готовности к практическому занятию №1. Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 1, 2
			Умеет	Проверка готовности к занятию №1 с помощью фонда тестовых заданий (ПР -1). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 3, 4
			Владеет	Проверка владения представлениям и о связи между физметодами и структурой веществ с помощью тестового контроля (ПР-	Вопросы к зачету №№ 3-6

				1).	
2.	<p>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, ^{13}C. Раздел II. Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия высокого разрешения. Тема 1. Введение. Обзор важнейших разновидностей использования метода масс-спектрометрии. Теория метода. Тема 2. Обработка и анализ масс-спектра. Раздел III. Методы оптической спектроскопии. Тема 1. Инфракрасная спектроскопия. Тема 2. Электронная спектроскопия.</p>	ОПК-2.1-2.4	Знает	Проверка готовности к практическим занятиям №№2, 4,5 (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 3,6 (ПР-2). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№7, 9, 10, 20, 23, 30, 35, 36, 39, 42, 44, 46

3.	Раздел IV. Комплексное использование физико-химических методов анализа.	ОПК-6.1-6.4	Знает	Проверка готовности к практическим занятиям №№7, 8 (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 9 (ПР-2). Итоговый тест (ПР-1). Собеседование (УО-1).	Вопросы к зачету №№ 3, 12, 17, 18, 32, 34-37, 45, 46, 49

**Шкала оценивания уровня сформированности компетенций
по дисциплине «Физические методы исследования»**

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции		критерии	показатели
ОПК-1.1-1.3 Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений	знает (пороговый уровень)	результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов	знать основные операции работы на высокотехнологическом оборудовании	способность записать и интерпретировать спектры, составить отчет о соответствии спектральных данных качественным или количественным характеристикам вещества
	умеет (продвинутый)	предлагать интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов	уметь выбирать нужные физические методы исследования для характеристики сырья и продукции химического производства	способность применять полученную информацию в научных исследованиях

		химии		
	владеет (высокий)	способностью формулировать заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности	владеть методами и приемами поиска, обработки и применения научной и научно-технической информации	способность проводить полномасштабную обработку спектральных данных, поиск и обработку научной и научно-технической информации
ОПК-2.1-2.4 Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение	знает (пороговый уровень)	правила работы с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности, синтез веществ и материалов разной природы с использованием имеющихся методик	правила работы с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности	синтез веществ и материалов разной природы с использованием имеющихся методик
структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием	умеет (продвинутый)	проводить стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе	осуществлять стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе	проводить стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе
	владеет (высокий)	способностью проводить исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования	владение способностью осуществлять стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе	владение способностью осуществлять определение химического и фазового состава веществ и материалов на их основе

ОПК-6.1-6.4 Способен представлять результаты своей работы в устной и письменной форме в соответствии с нормами и правилами, принятыми в профессиональном сообществе	знает (пороговый уровень)	представление результатов работы в виде отчета по стандартной форме на русском языке, представление информации химического содержания с учетом требований библиографической культуры	представление результатов работы в виде отчета по стандартной форме на русском языке	представление информации химического содержания с учетом требований библиографической культуры
	умеет (продвинутый)	представлять результаты работы в виде тезисов доклада на русском и английском языке в соответствии с нормами и правилами, принятыми в химическом сообществе	способность представлять результаты работы в виде тезисов доклада на русском и английском языке	умение представлять результаты работы в виде тезисов доклада на русском и английском языке в соответствии с нормами и правилами, принятыми в химическом сообществе
	владеет (высокий)	способностью готовить презентацию по теме работы и представлять ее на русском и английском языках	Умение представлять результаты своей научной работы в виде презентации	Умение представлять результаты своей научной работы в виде презентации на русском и английском языках

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

Перечень оценочных средств

Примерный перечень оценочных средств (ОС)

I. Устный опрос

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

Перечень теоретических вопросов к зачету по дисциплине «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.
48. Гомологические серии пиков ионов основных классов простых органических соединений.
49. Перегруппировочные процессы. Перегруппировка Мак-Лафферти.
50. Качественный масс-спектрометрический анализ. Количественный хромато-масс-спектрометрический анализ. Базы данных по масс-спектрометрии.

Примеры билетов на зачет

Билет №1

1. Методы 2-D-ЯМР-спектроскопии.
2. Молекулярные и изотопные пики в масс-спектрах.
3. Задача

Билет №2

1. Методы упрощения сложных спектров ЯМР.
2. Методы установления относительной конфигурации в диастереомерах ЯМР.
3. Задача

Билет №3

1. Методы двойного резонанса в ЯМР
2. Использование ЯМР для установления конфигурации.
3. Задача

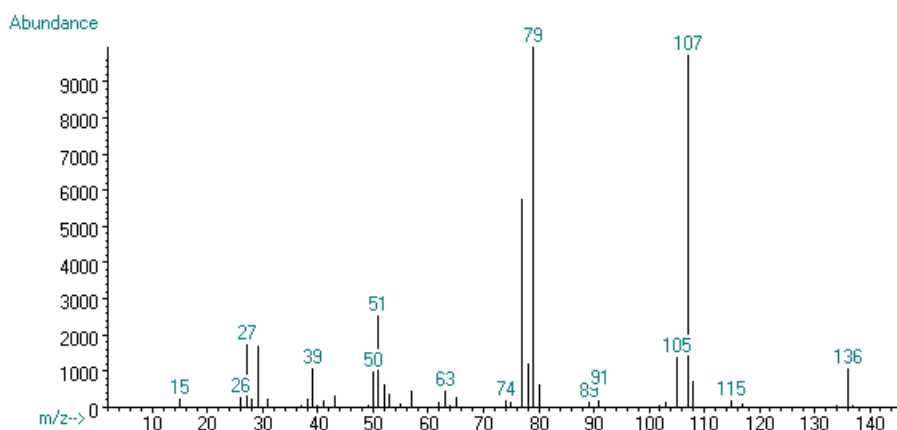
II. Письменный опрос

1. Примеры задач для зачета.

Примеры задач на зачете:

Задача 1. По теме «Масс-спектрометрия»

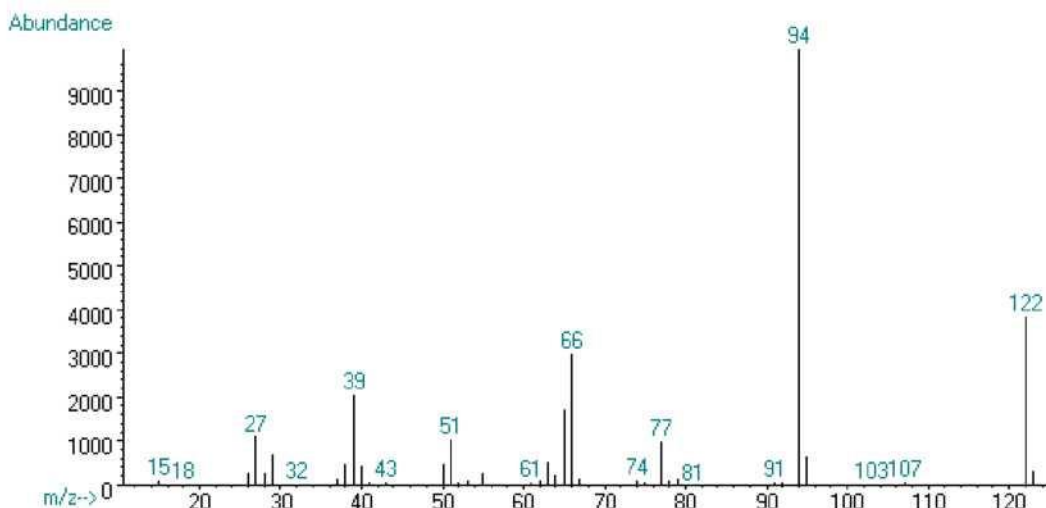
Идентифицируйте соединение по масс-спектру электронного удара:



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-толилметилэфир; 7) 2-фенилэтиловый спирт; 8) 1-фенилэтиловый спирт; 9) 2,4-диметилфенол; 10) 2,6-диметилфенол.

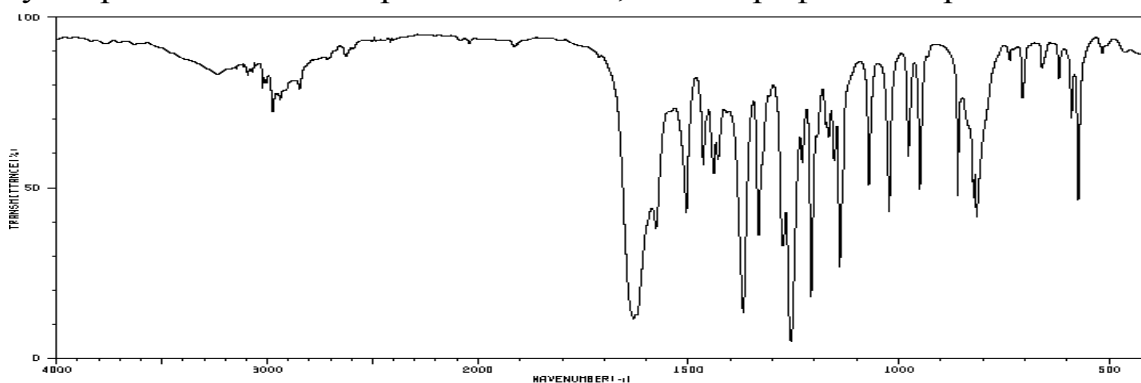


m/z	I, %	m/z	I, %	m/z	I, %	m/z	I, %	m/z	I, %
12	5	31	20	50	51	67	18	91	10
13	10	32	30	51	10	68	40	92	60
14	40	37	15	52	90	69	5	94	10

15	13	38	49	53	11	73	20	95	67
17	5	39	20	54	20	74	14	96	40
18	20	40	47	55	28	75	70	10	20
24	5	41	60	56	5	76	5	10	10
25	30	42	50	61	70	77	10	10	60
26	28	43	10	62	20	78	14	10	5
27	11	44	10	63	53	7	18	11	5
28	29	45	10	64	27	80	10	12	38
29	72	46	5	65	17	81	5	12	33
30	30	49	50	66	30	89	5	12	10

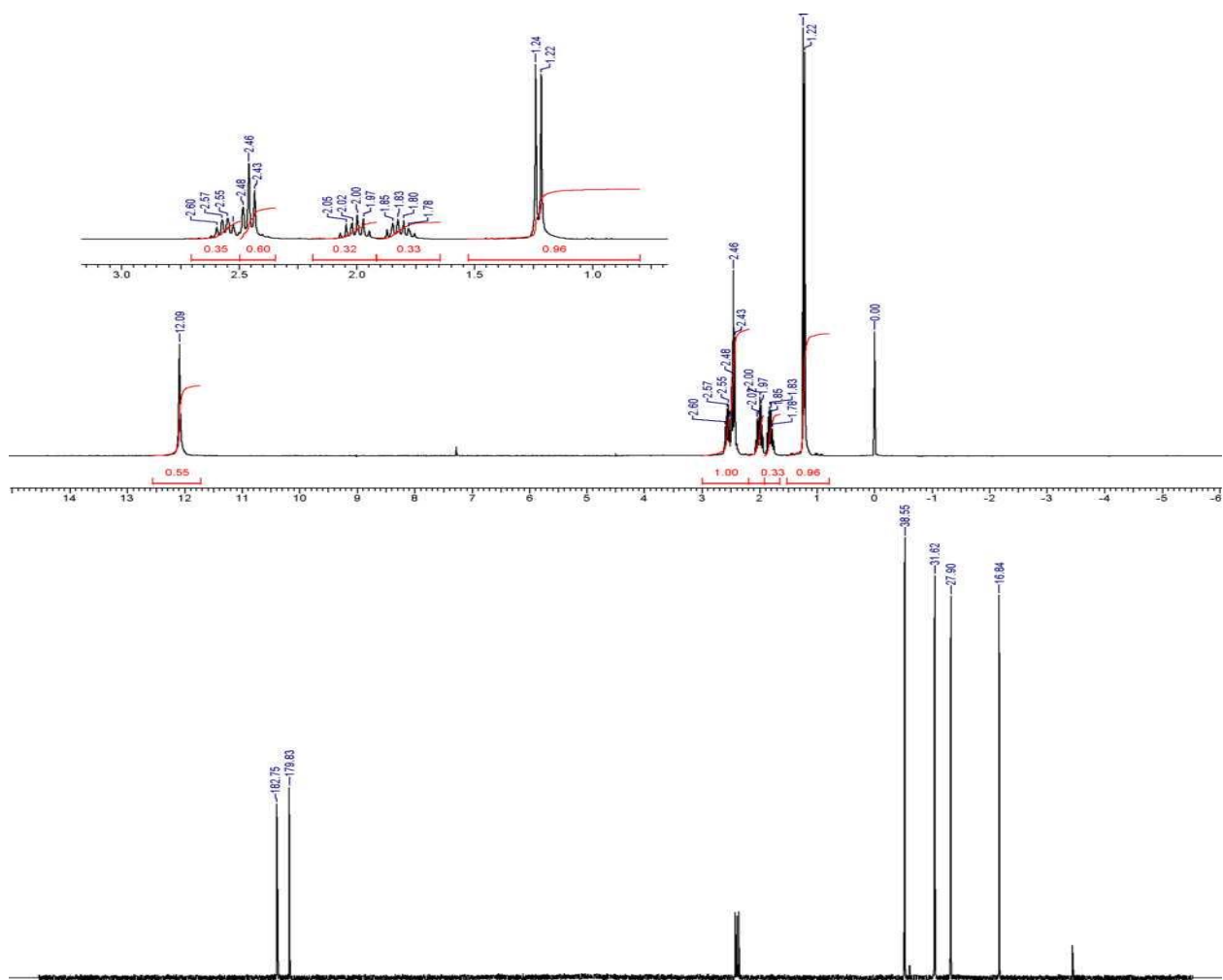
Задача 3. По теме «Колебательная спектроскопия»

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



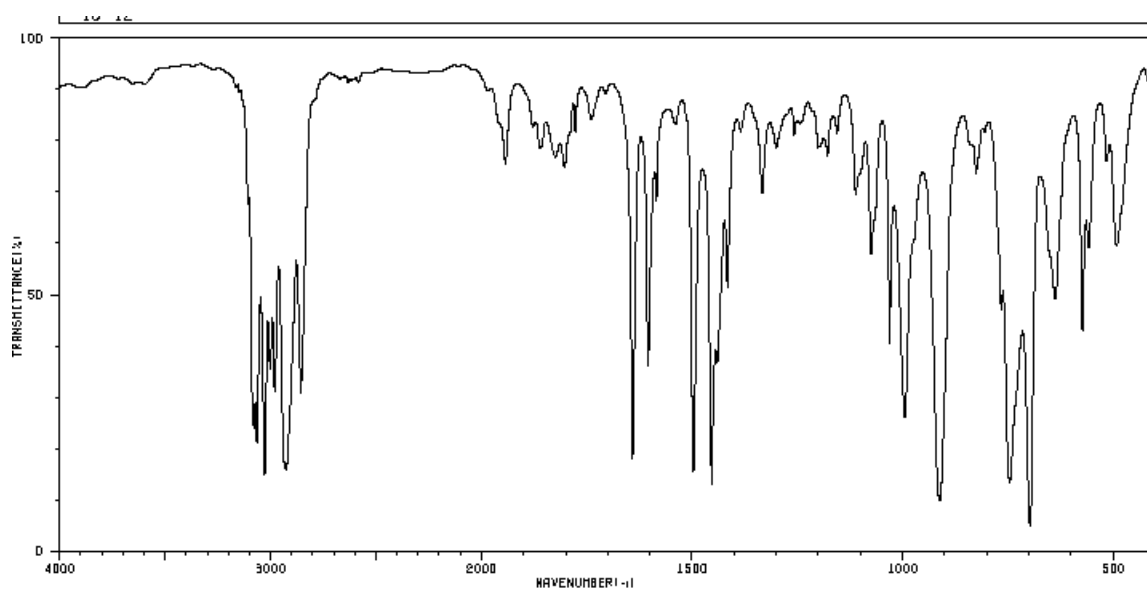
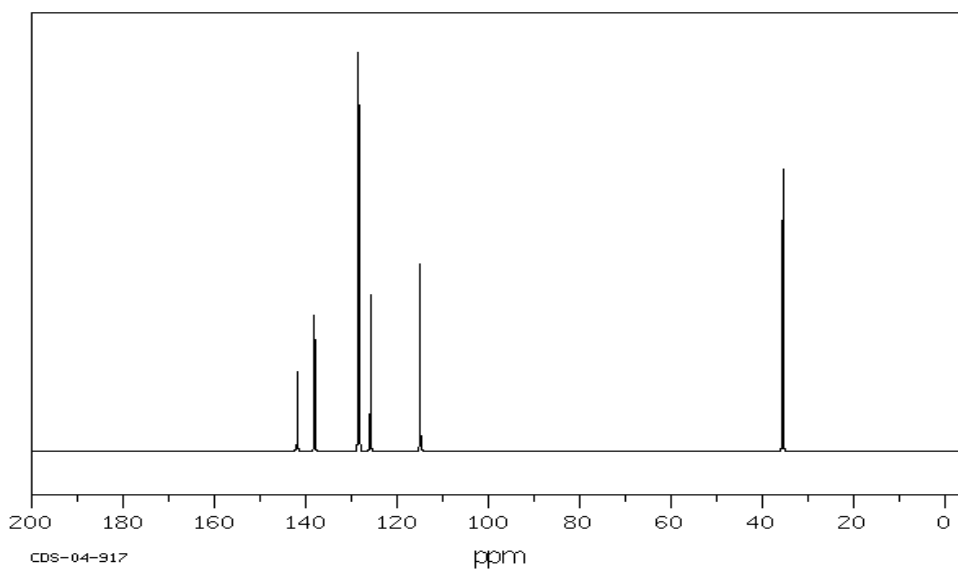
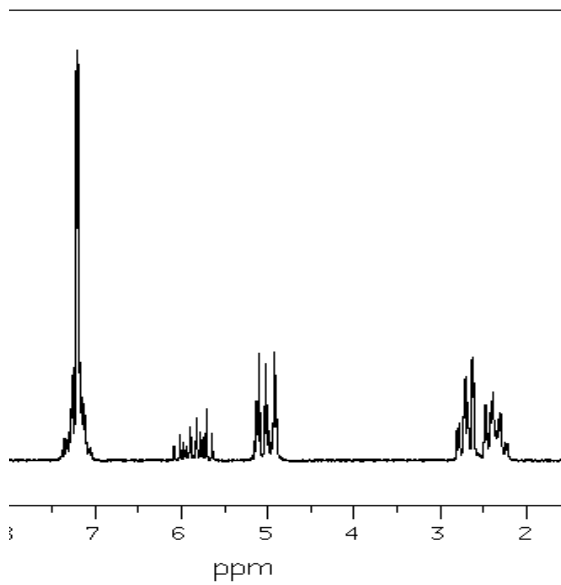
Задача 4. По теме «Спектроскопия ядерного магнитного резонанса»

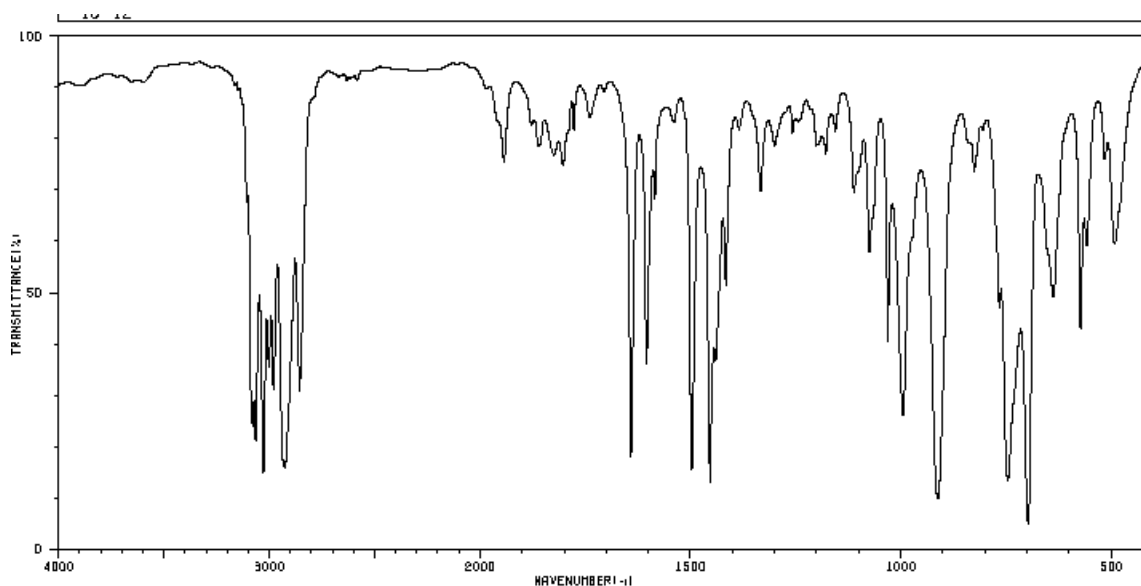
На полке с реактивами стояла старая банка с каким-то белым порошком. На потертой этикетке значилась загадочная надпись «...овая кислота». На основании спектра ЯМР определите, что это за кислота. Сделайте отнесение сигналов, объясните спектр.



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

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





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

Перечень оценочных средств

Примерный перечень оценочных средств (ОС)

I. Устный опрос

1. 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.

**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?

Групповая дискуссия

Вопросы и задачи, разбираемые со студентами на практических 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.

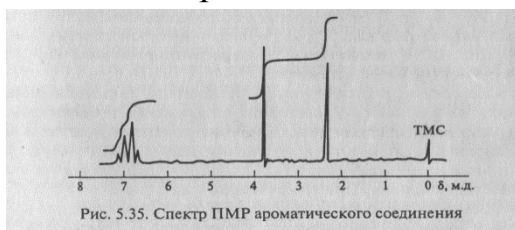
Вопросы студентам:

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) диметилвый эфир, диэтилвый 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 $\text{C}_7\text{H}_8\text{O}$, 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°C состоит из синглета, а при -85°C из квартета (спиновая система АВ) с $J = 12\text{ Гц}$. В спектре ЯМР ^{13}C того же соединения содержится только триплет ($J=162\text{ Гц}$) при 35°C и дублет дублетов при -85°C .
7. Нарисуйте спектр ПМР и интегральную интенсивность для соединения $\text{Ph-CH}_2\text{-CH(CN)COOH}$, $\nu_0 = 100\text{ МГц}$, $J_{\text{HH}} = 5\text{ Гц}$.
8. Для спиновой системы AM_2X начертите спектр ПМР на миллиметровой бумаге, используя графический прием: $\nu_0 = 40\text{ МГц}$, $\delta_{\text{A}} = 4.40\text{ м.д.}$, $\delta_{\text{M}} = 6.30\text{ м.д.}$, $\delta_{\text{X}} = 8.90\text{ м.д.}$; $J_{\text{AM}} = 20\text{ Гц}$, $J_{\text{MX}} = 12\text{ Гц}$, $J_{\text{AX}} = 14\text{ Гц}$. Масштаб: $2\text{ Гц} - 1\text{ мм}$, $1\text{ ед. интенсивности} - 5\text{ мм}$.
9. Будет ли спектр системы АХ спектром первого порядка, если он снят на приборе с рабочей частотой 100 МГц , $\delta_{\text{A}} = 5.54\text{ м.д.}$, $\delta_{\text{X}} = 9.16\text{ м.д.}$, $J_{\text{AX}} = 12\text{ Гц}$.
10. Установите структуру соединения $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_2$ по спектру ПМР, который содержит дублет при $\delta = 1.05\text{ м.д.}$, синглет при $\delta = 1.95\text{ м.д.}$ и септет при $\delta = 4.85\text{ м.д.}$

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.

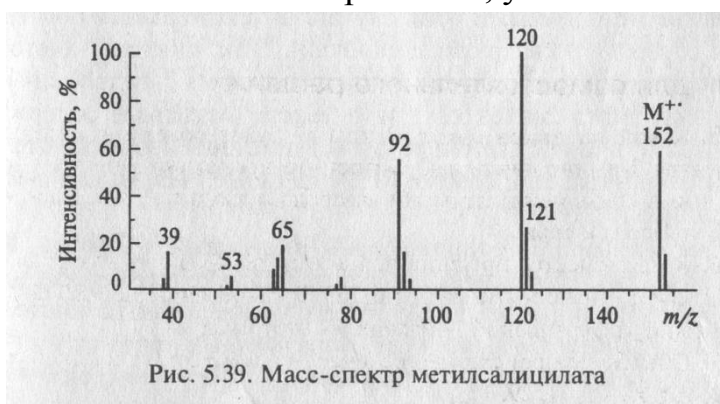


Рис. 5.39. Масс-спектр метилсалицилата

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

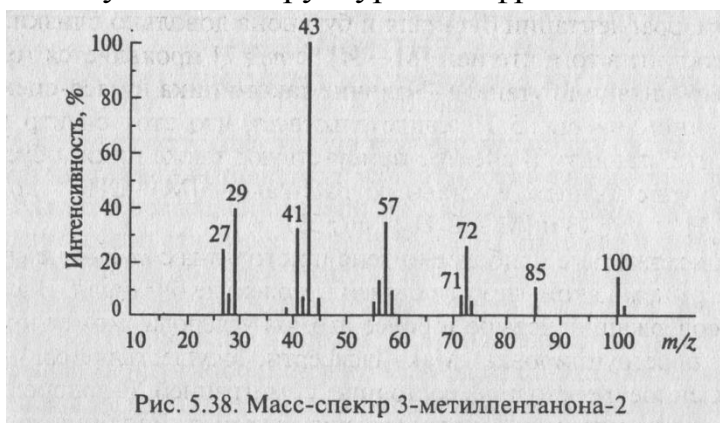


Рис. 5.38. Масс-спектр 3-метилпентанона-2

9. Расщепление каких связей в молекуле эфедрина (2-метиламино-1-фенилпропана-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 применением 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.

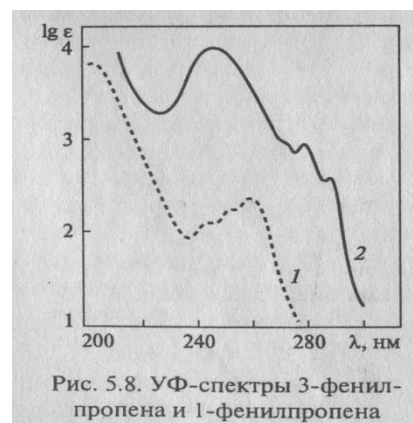
Комплексное использование физических методов для решения структурных задач.

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?

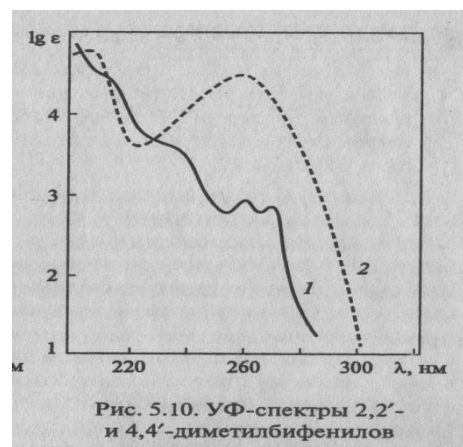
Примеры задач:

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.

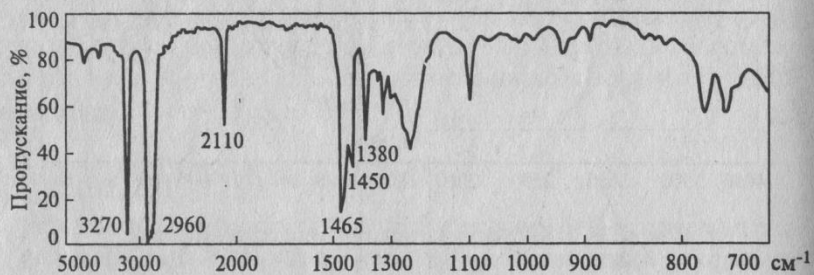


Рис. 5.20. ИК-спектр соединения (жидкая пленка)

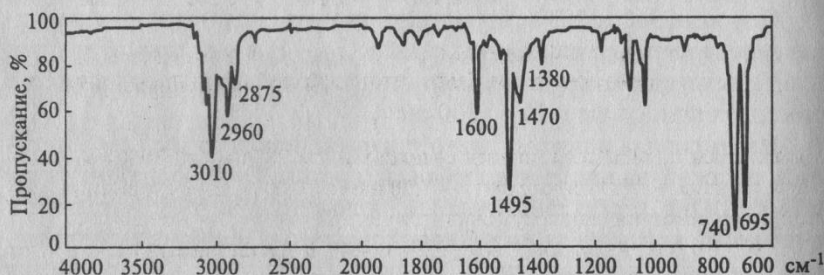


Рис. 5.21. ИК-спектр соединения (жидкая пленка)

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

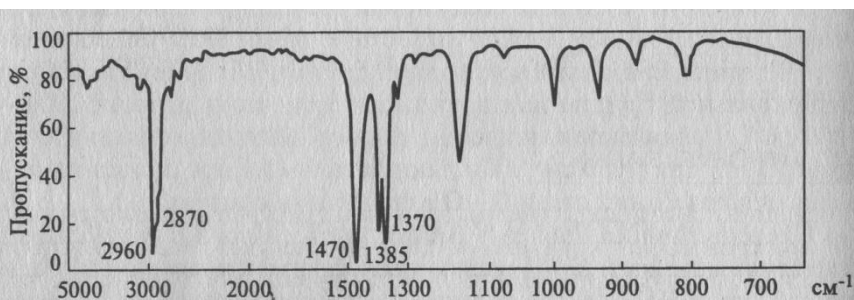


Рис. 5.24. ИК-спектр соединения (жидкая пленка)

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

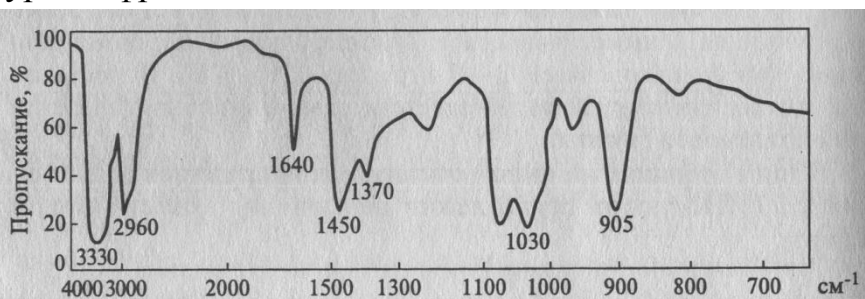
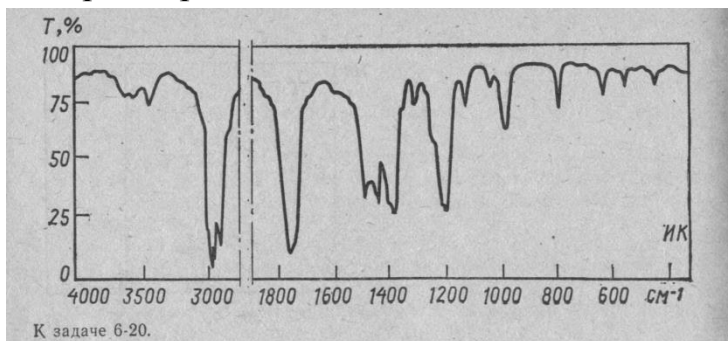


Рис. 5.25. ИК-спектр соединения (жидкая пленка)

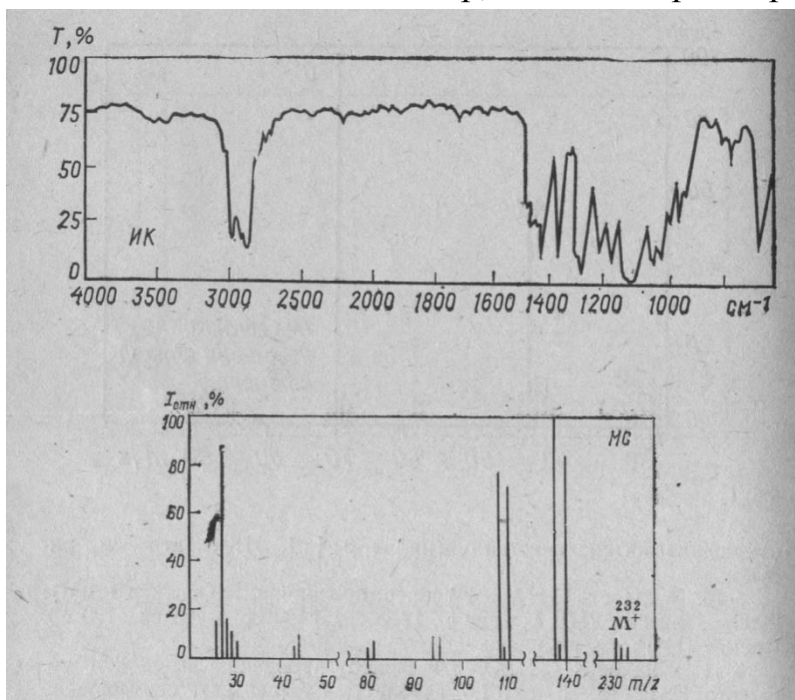
8. Определить структуру вещества по представленным спектральным данным.

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.



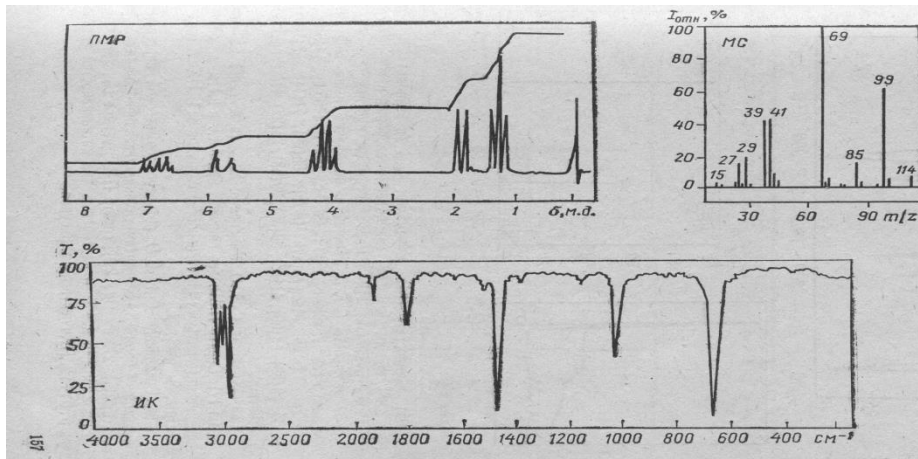
9. Определить структуру вещества по представленным спектральным данным.

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. Письменный опрос

1. Тест (ПР-1). (Система стандартизированных заданий, позволяющая автоматизировать процедуру измерения уровня знаний и умений обучающегося по дисциплине) – набор вариантов 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 итогового тестирования для зачета 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 триplete ...

5. Дополните

Интенсивности отдельных линий в триplete не равны и соответствуют

6. Дополните

Расстояние между соседними линиями в триplete

7. Дополните

Расстояние между соседними линиями в триplete соответствует величине

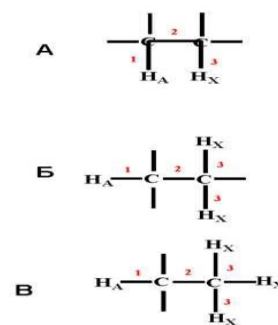
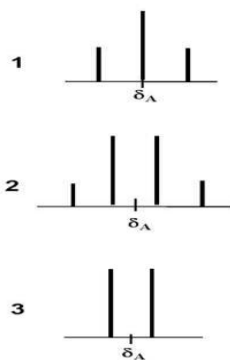
8. Дополните

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

9. Дополните

Интенсивности отдельных линий в квартете соответствуют

10. Установите соответствие



11. Установите соответствие

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

12. Дополните

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

13. Выберите правильный ответ

Каковы единицы измерения константы спин-спинового взаимодействия ?

- А. м.д. Б. Гц В. 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 _____

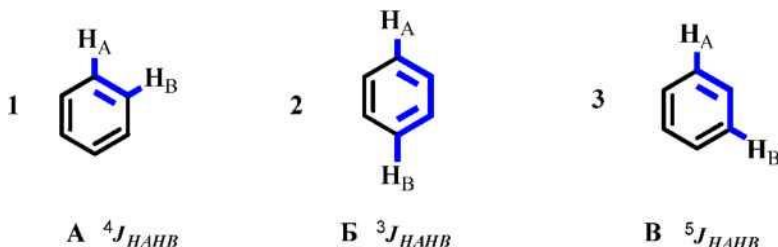
20. Дополните

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

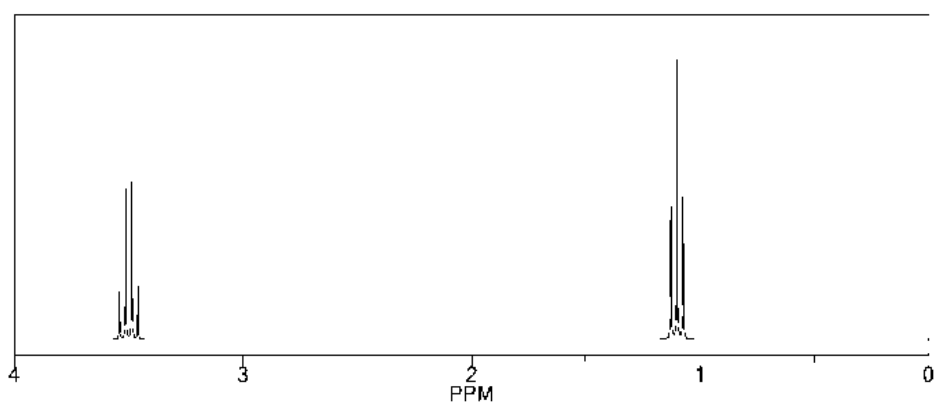
Взаимодействие протона (или набора эквивалентных протонов) с двумя эквивалентными протонами и двумя, отличающимся по химическому сдвигу протонами, с различными константами спин-спинового взаимодействия приводит к появлению в спектре сигнала в виде _____

22. Установите соответствие



23. Выберите правильный ответ

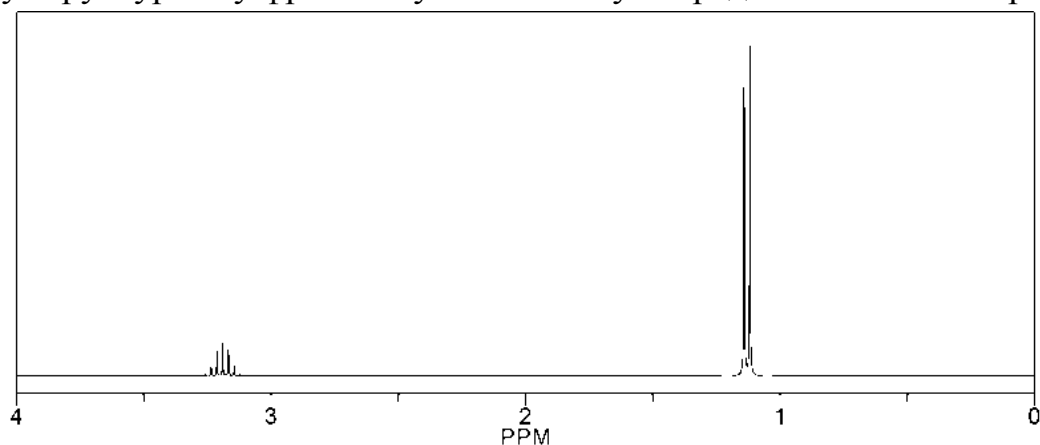
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



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

24. Выберите правильный ответ

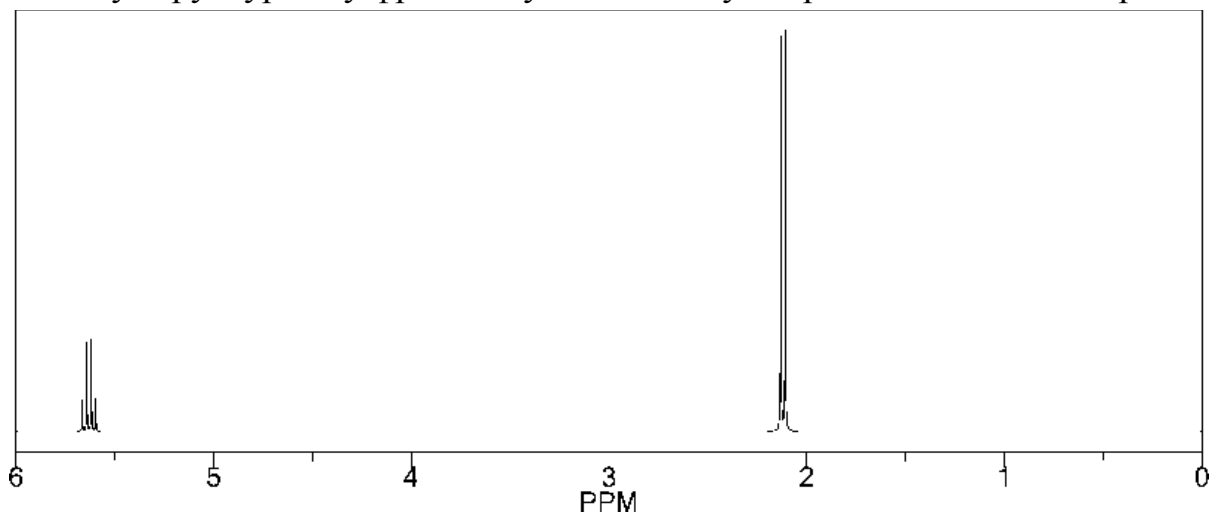
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



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

25. Выберите правильный ответ

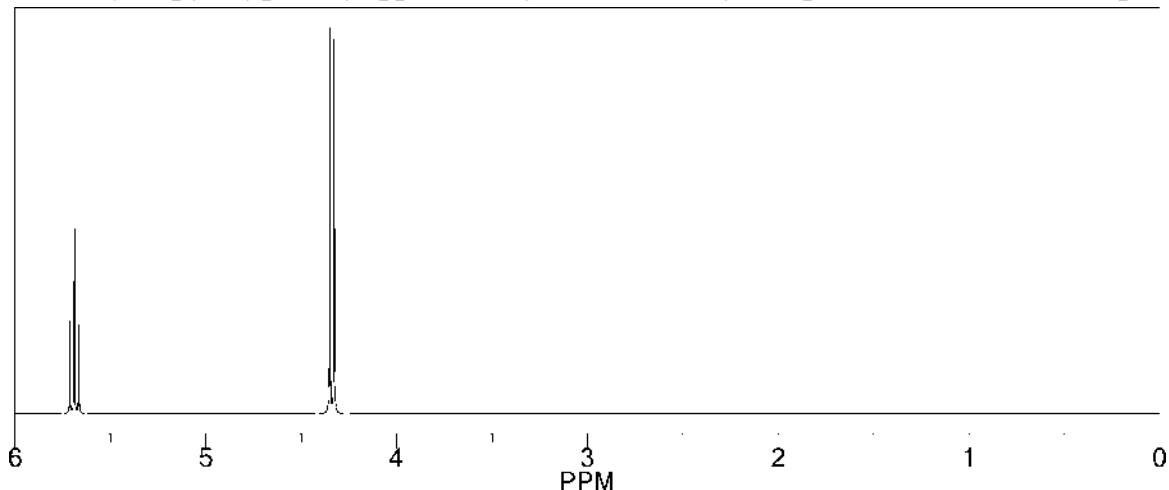
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. CH_3-CHX_2 2. CH_3CH_2X 3. XCH_2XCH_3

26. Выберите правильный ответ

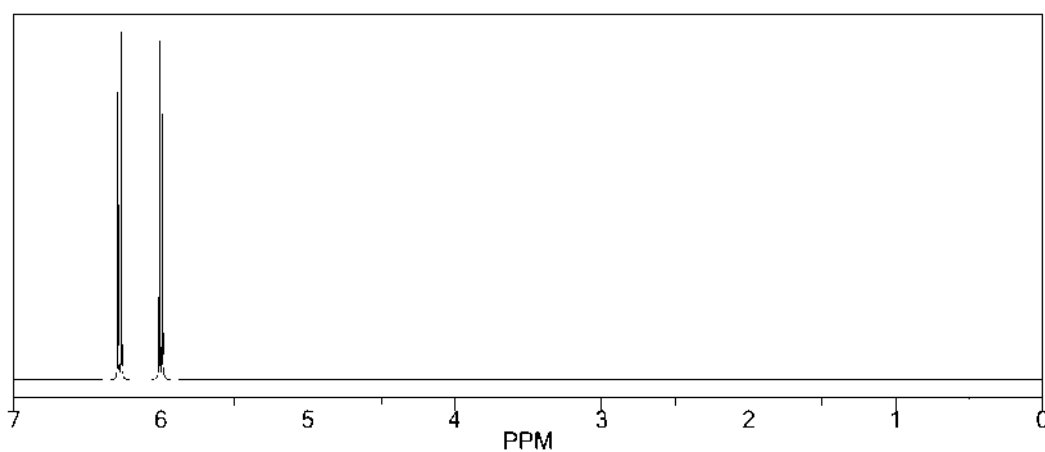
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. XCH_2CHX_2 2. $\text{CH}_3\text{-CHX}_2$ 3. $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{X}$

27. Выберите правильный ответ

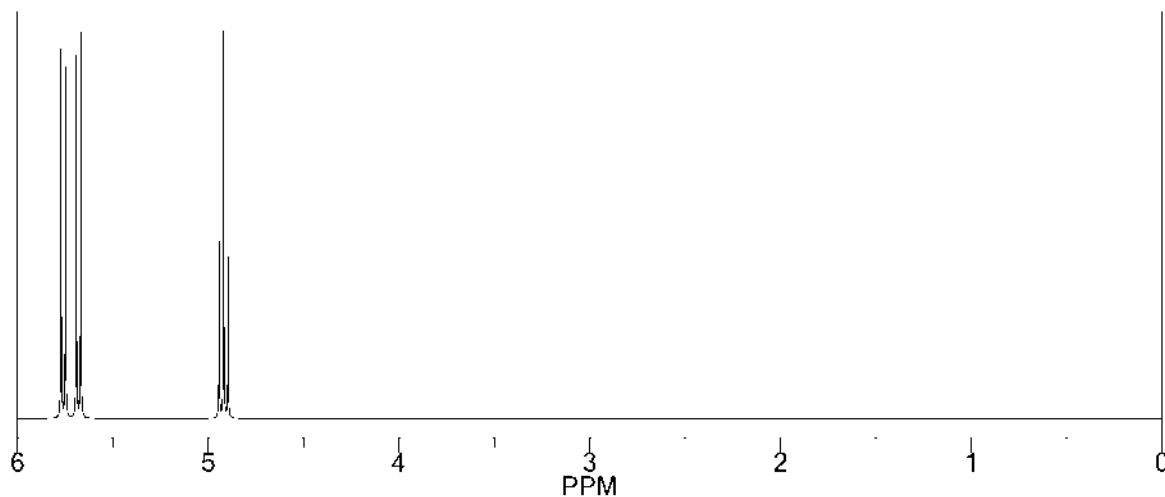
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



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

28. Выберите правильный ответ

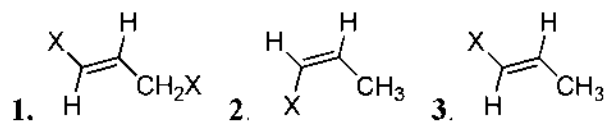
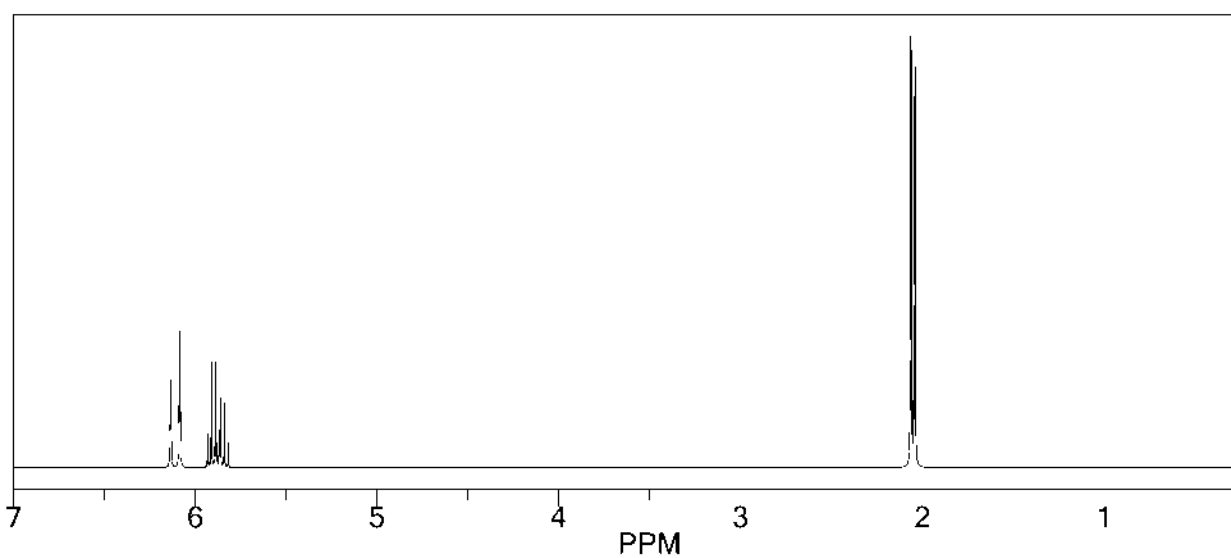
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. X_2CHCHX_2 2. XCH_2CHX_2 3. X_2CHCHY_2

29. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?

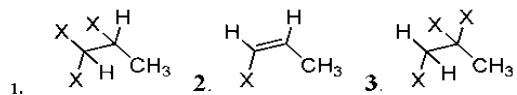
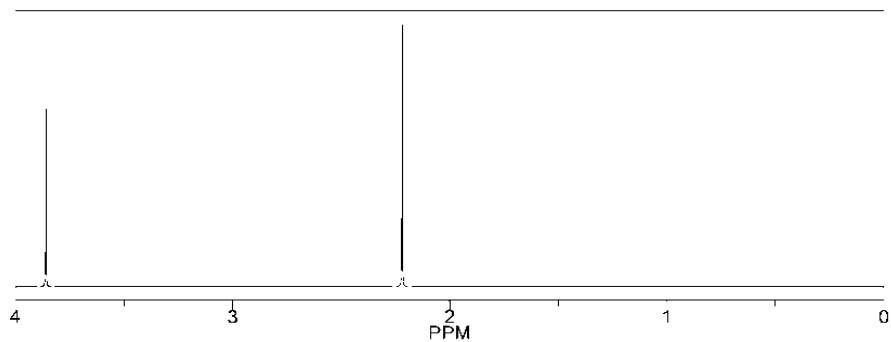


30. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?

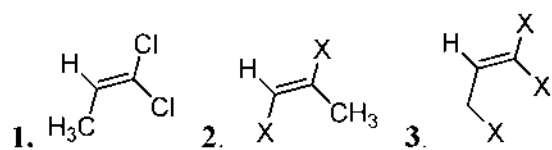
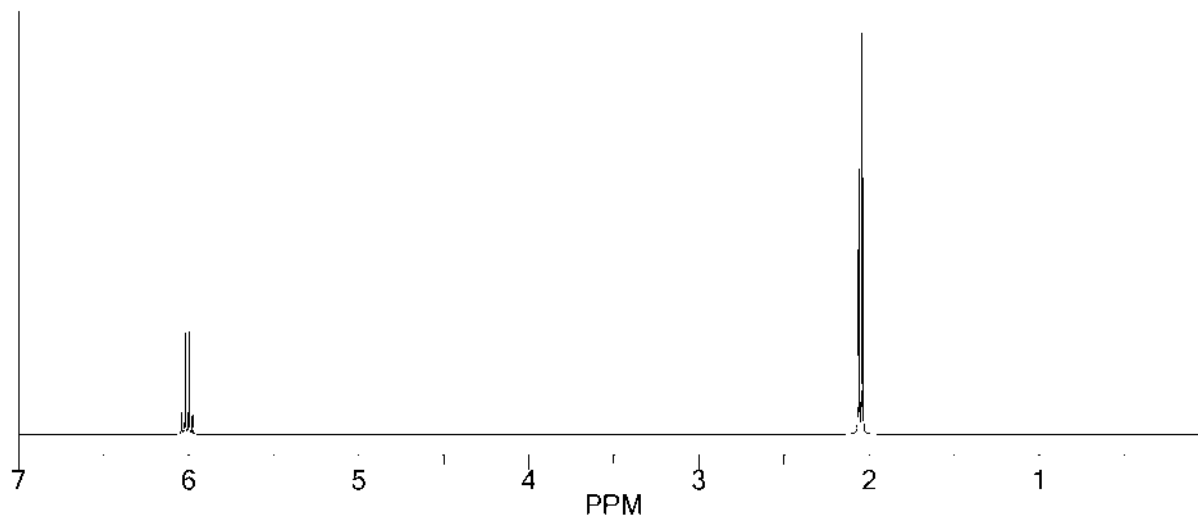
31. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



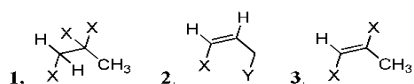
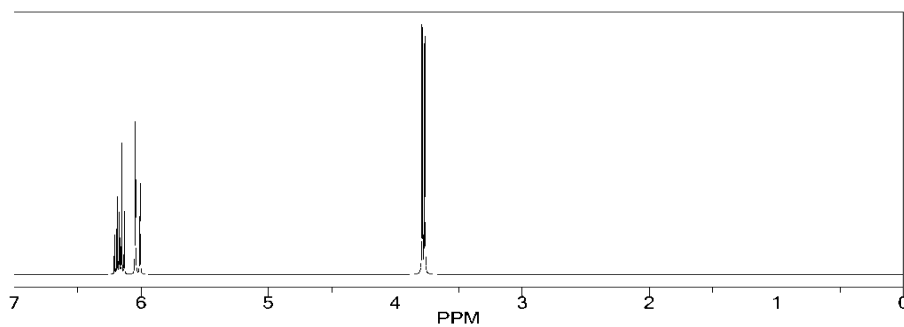
32. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



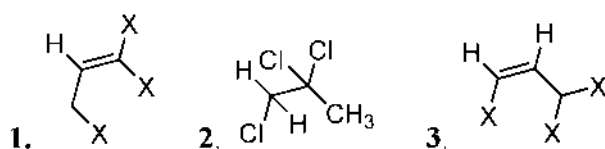
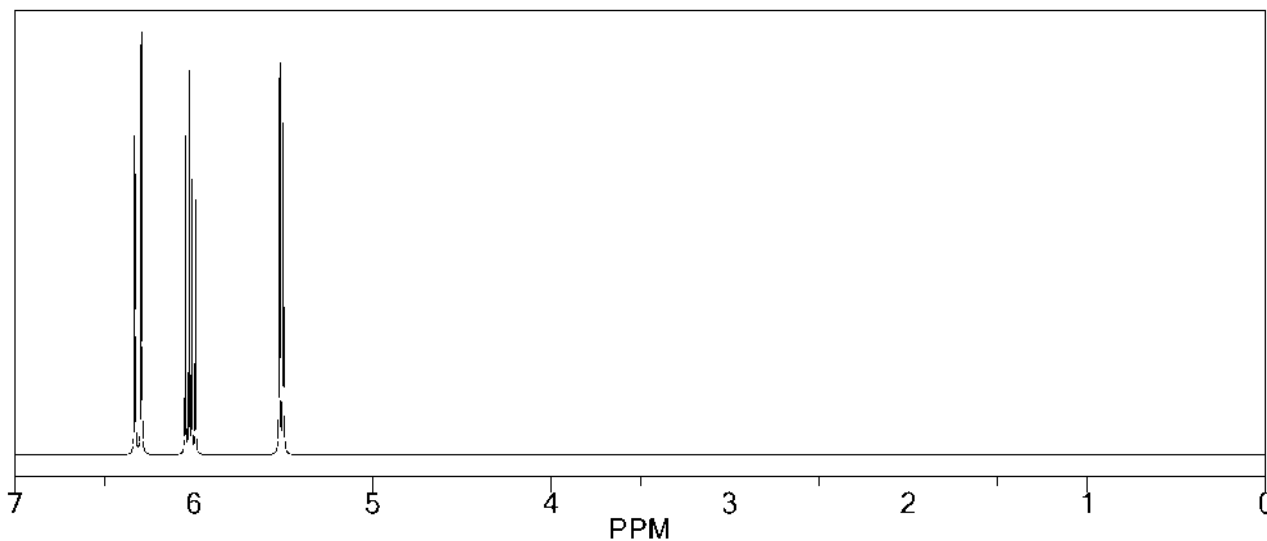
33. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



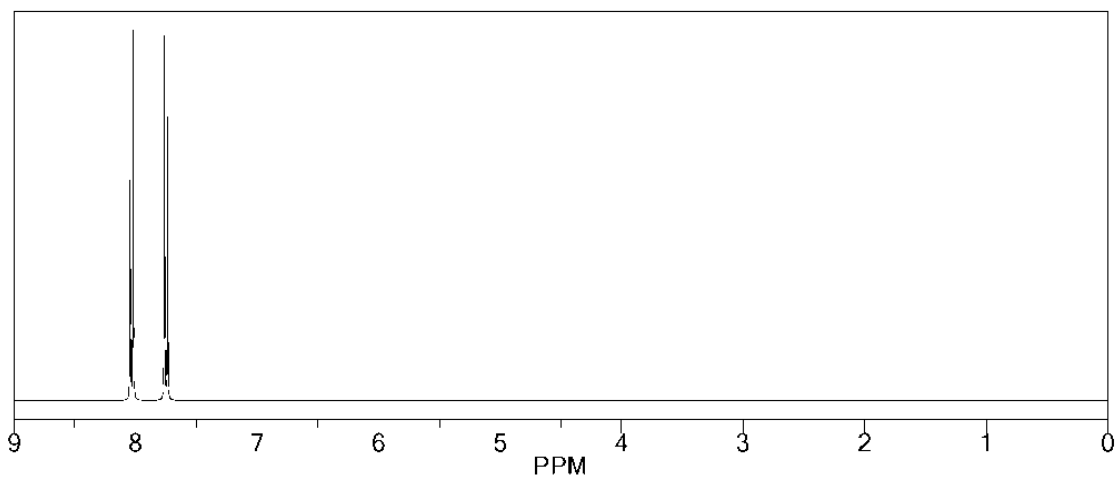
34. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



35. Выберите правильный ответ

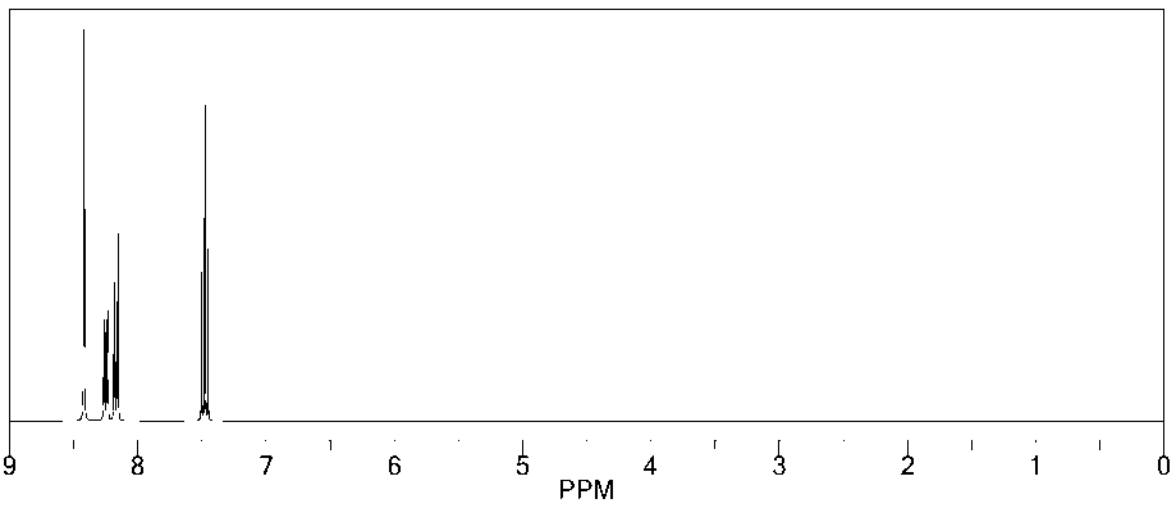
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. $\text{XCH}_2\text{CH}_2\text{Y}$ 2. $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{X}$ 3. Xc1ccc(Y)cc1

36. Выберите правильный ответ

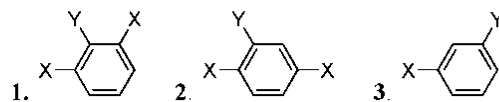
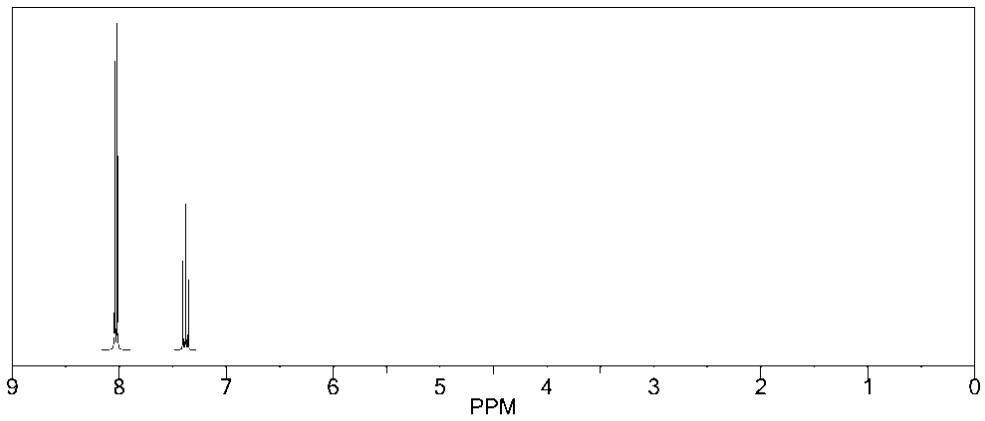
Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



1. XC=C(X)C(X)C(X) 2. Xc1ccc(Y)cc1 3. Xc1ccc(X)cc1

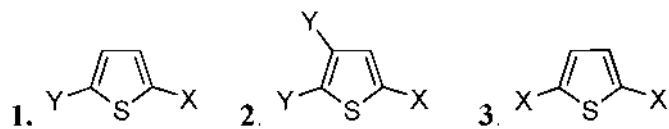
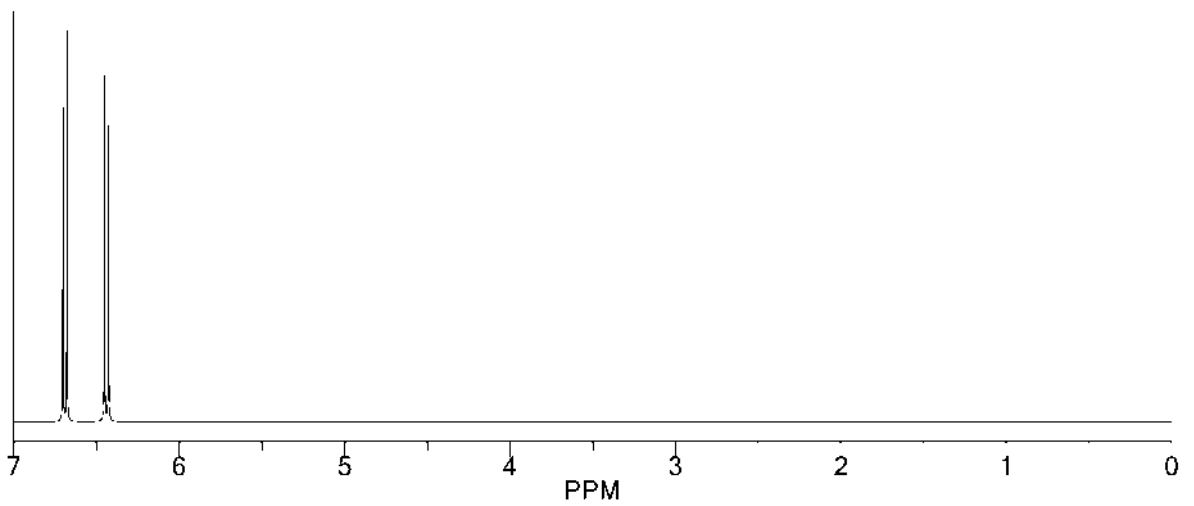
37. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



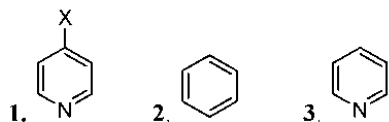
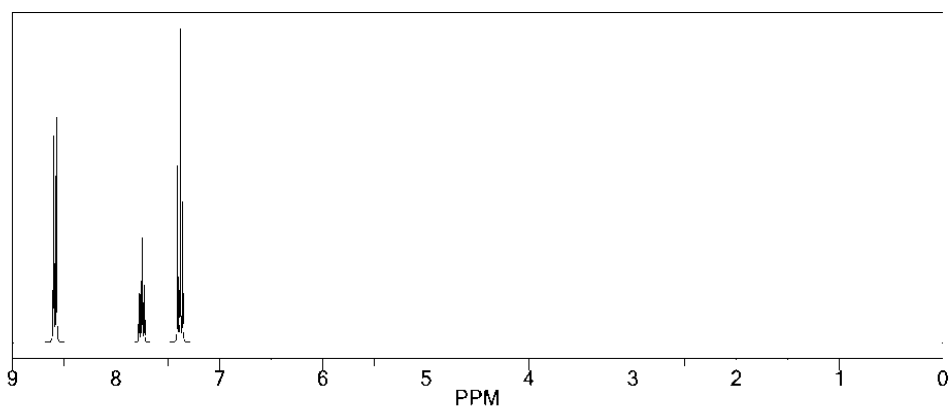
38. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?



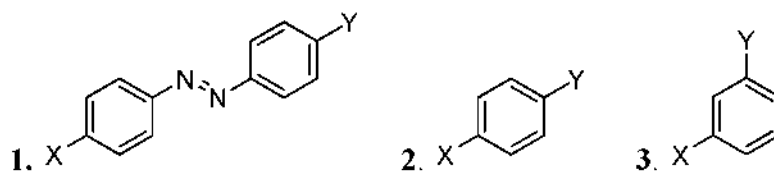
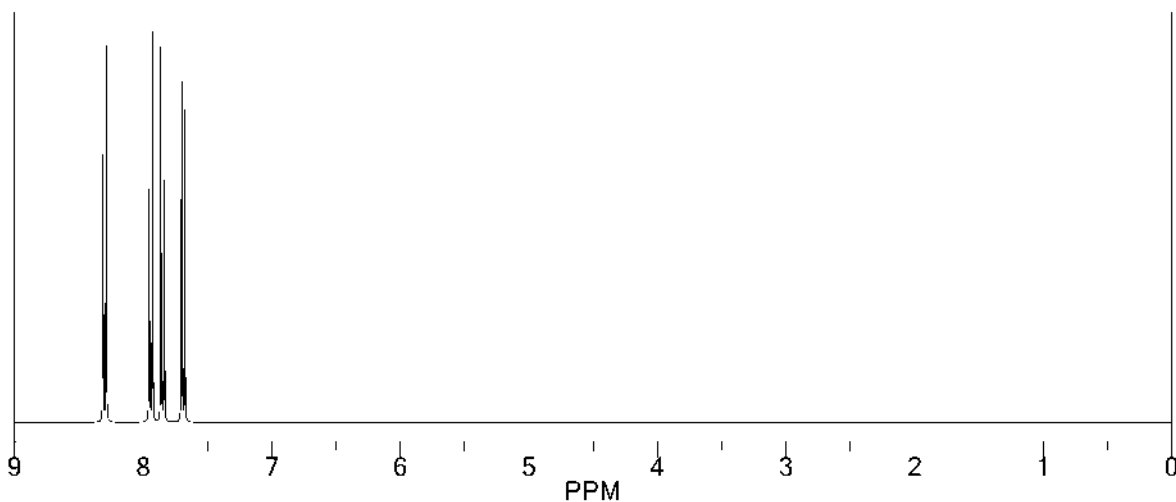
39. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?

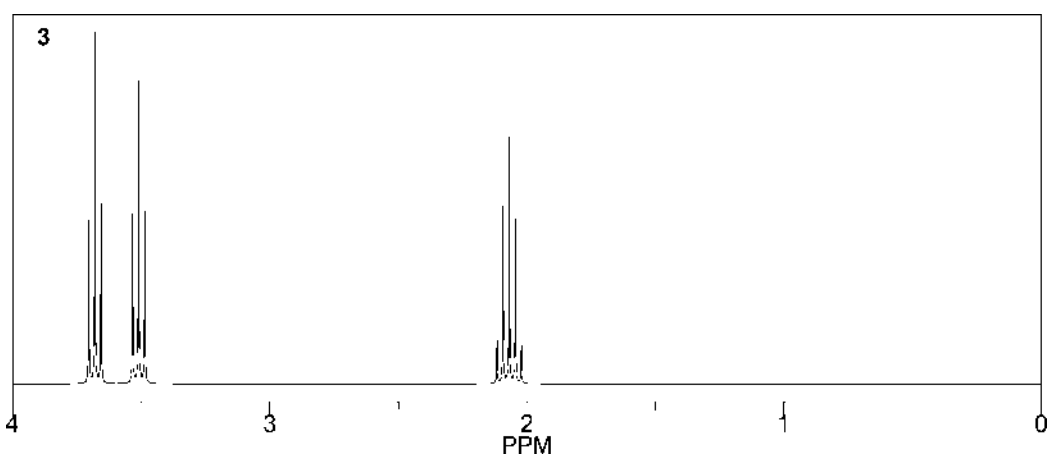
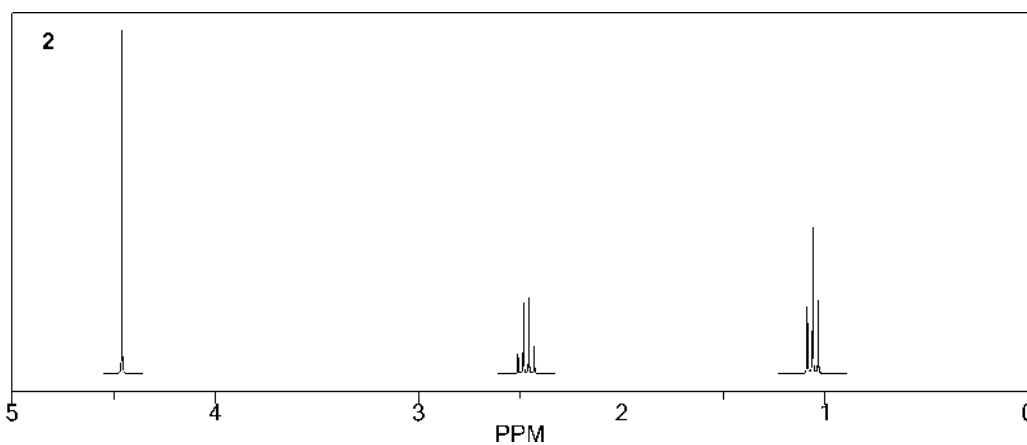
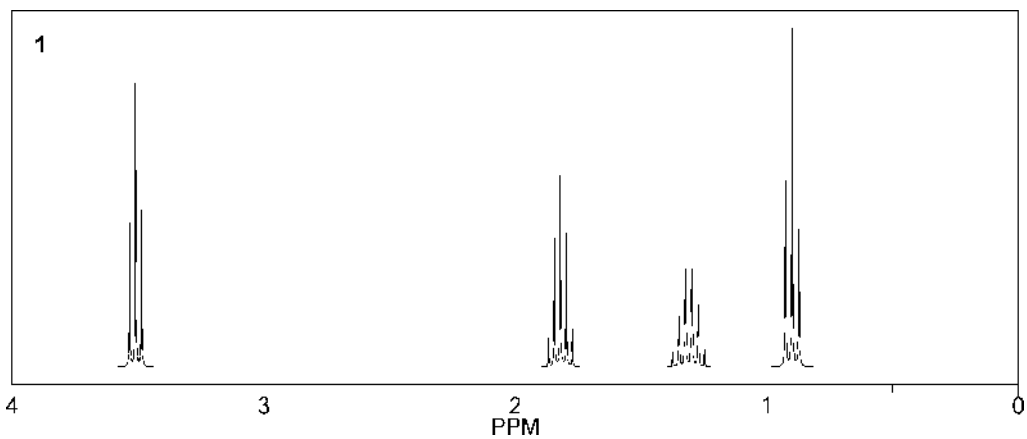


40. Выберите правильный ответ

Какому структурному фрагменту соответствует предложенный спектр?

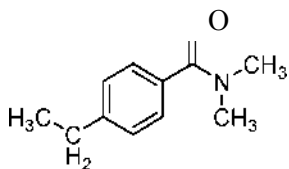


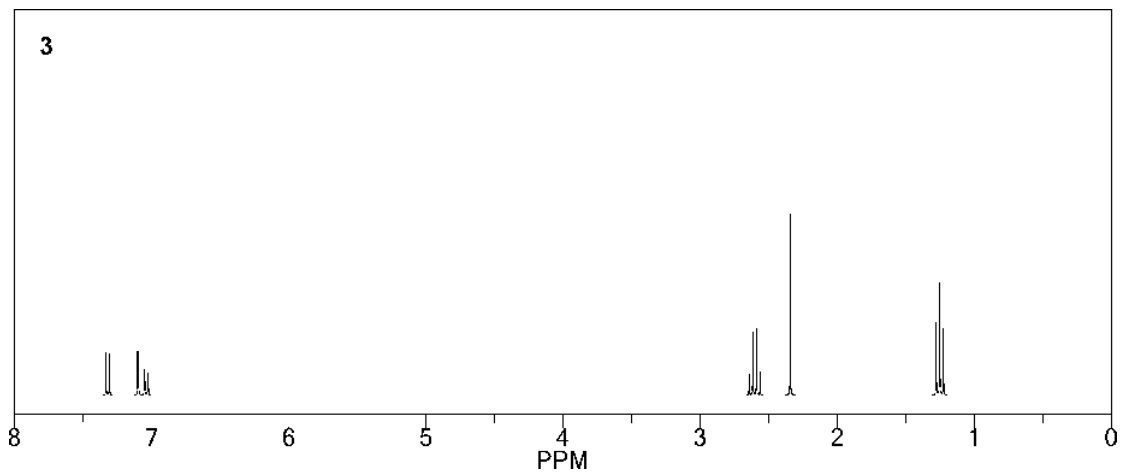
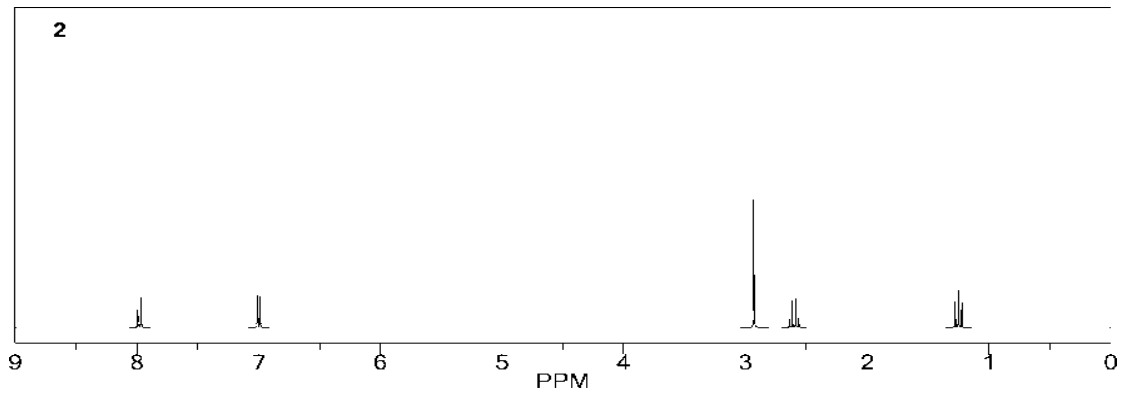
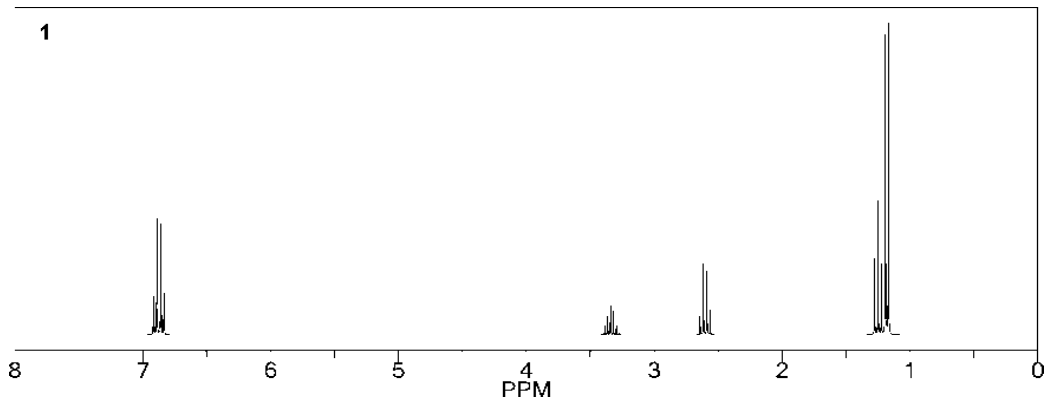
41. Какой из предложенных спектров по мультиплетности и химическому сдвигу сигналов соответствует спектру бромистого бутила ?



42. Выберите номер правильного ответа

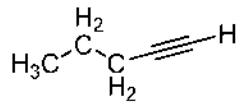
Какой из предложенных спектров по мультиплетности и химическому сдвигу сигналов соответствует спектру N,N-диметил-4-этилбензамида?

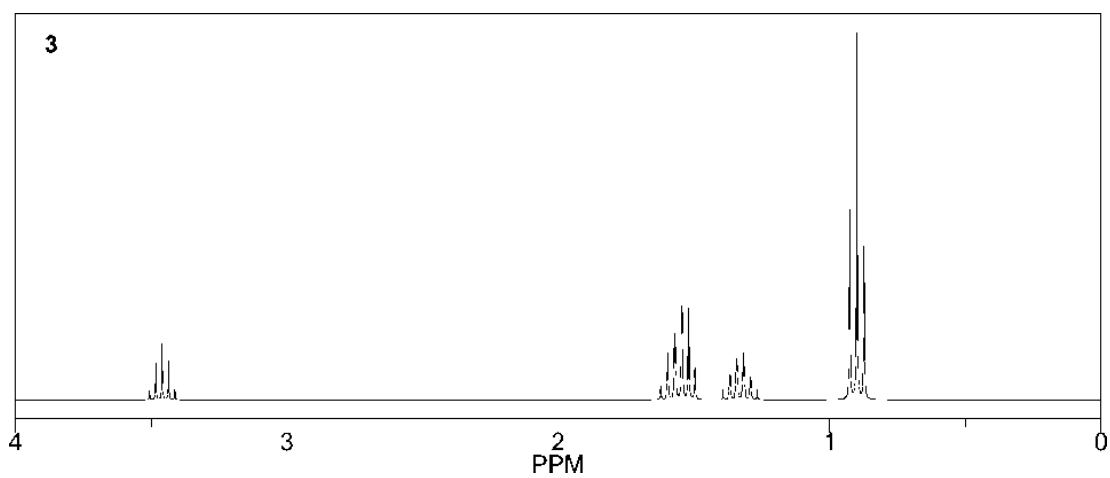
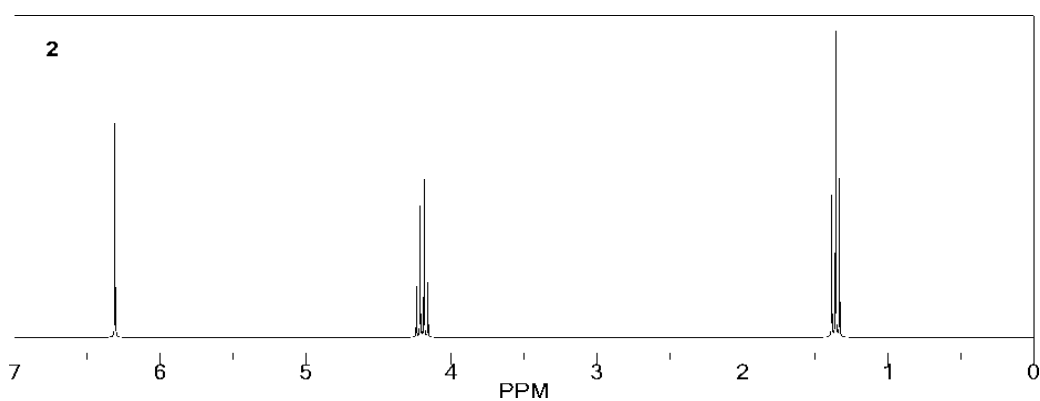
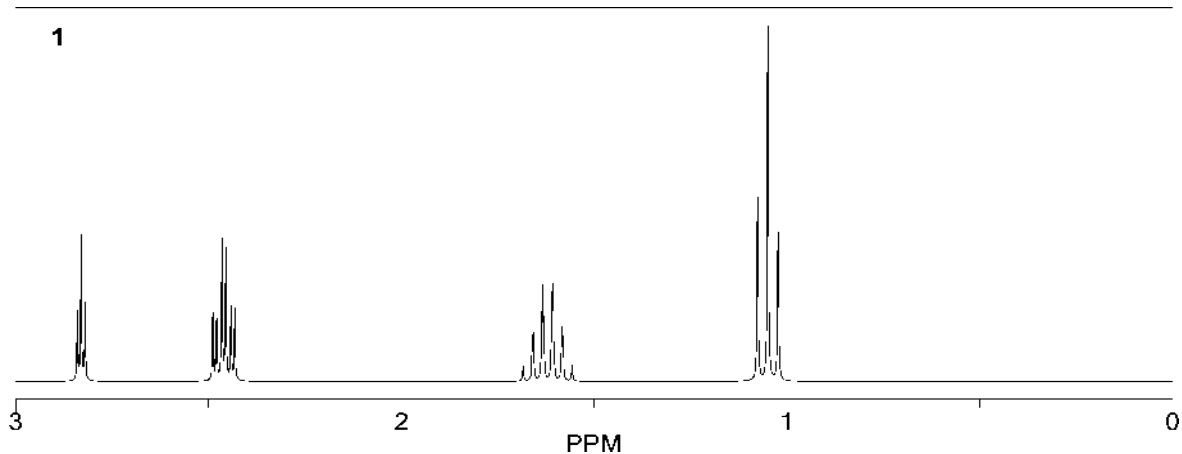




43. Выберите номер правильного ответа

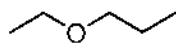
Какой из предложенных спектров по мультиплетности и химическому сдвигу сигналов соответствует спектру пент-1-ина ?

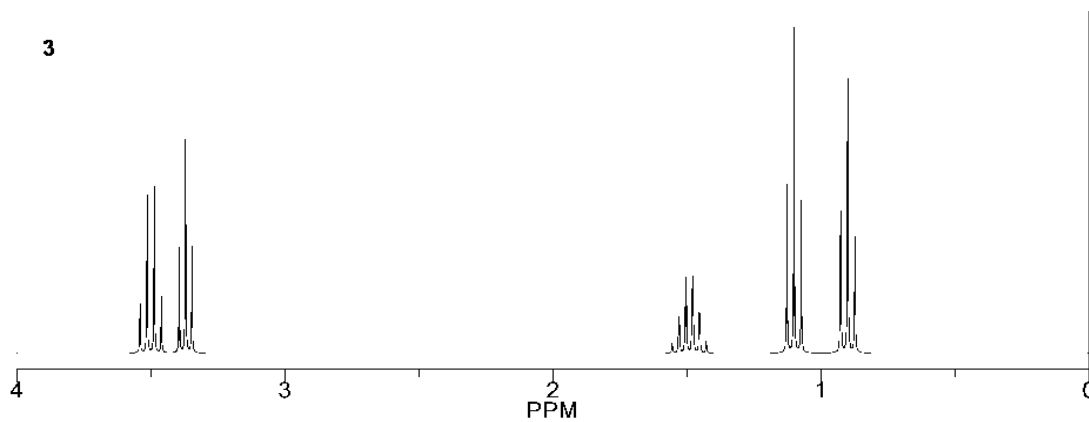
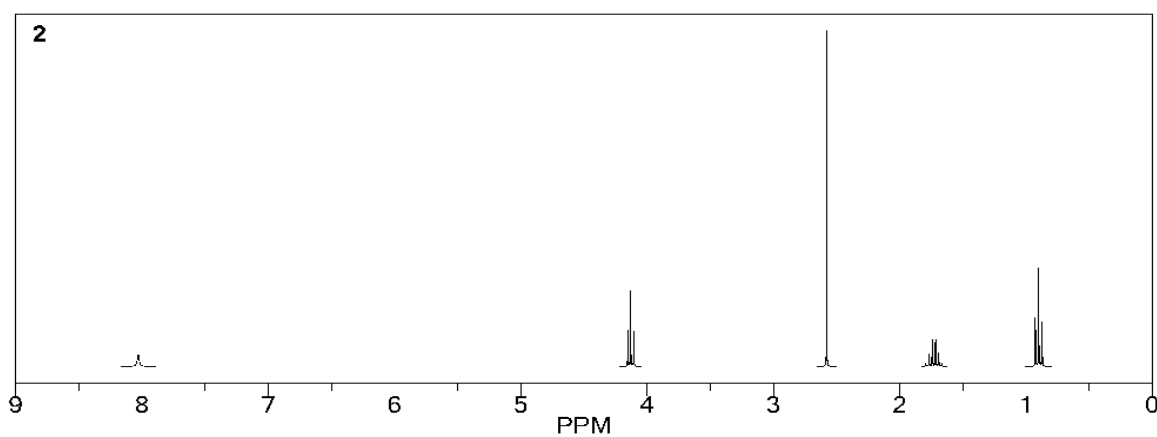
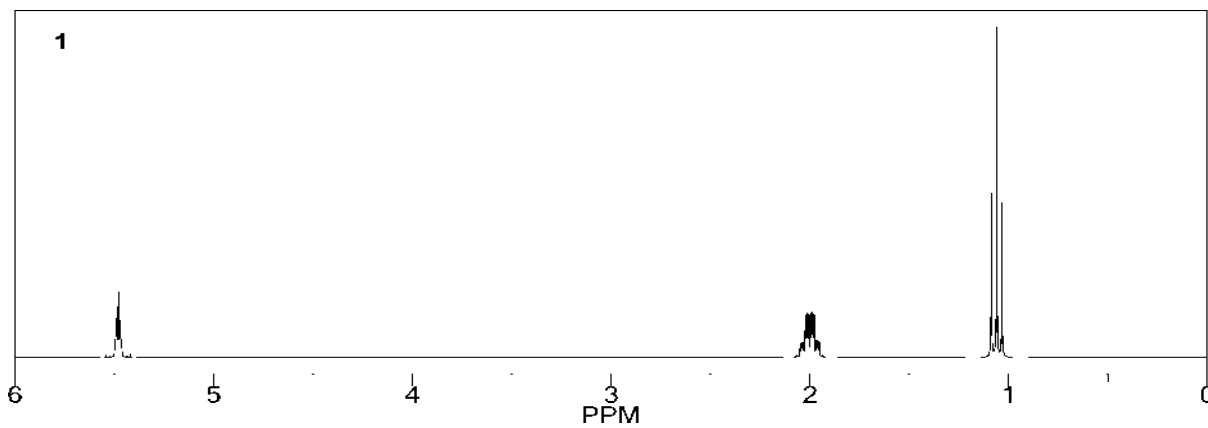




44. Выберите номер правильного ответа

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

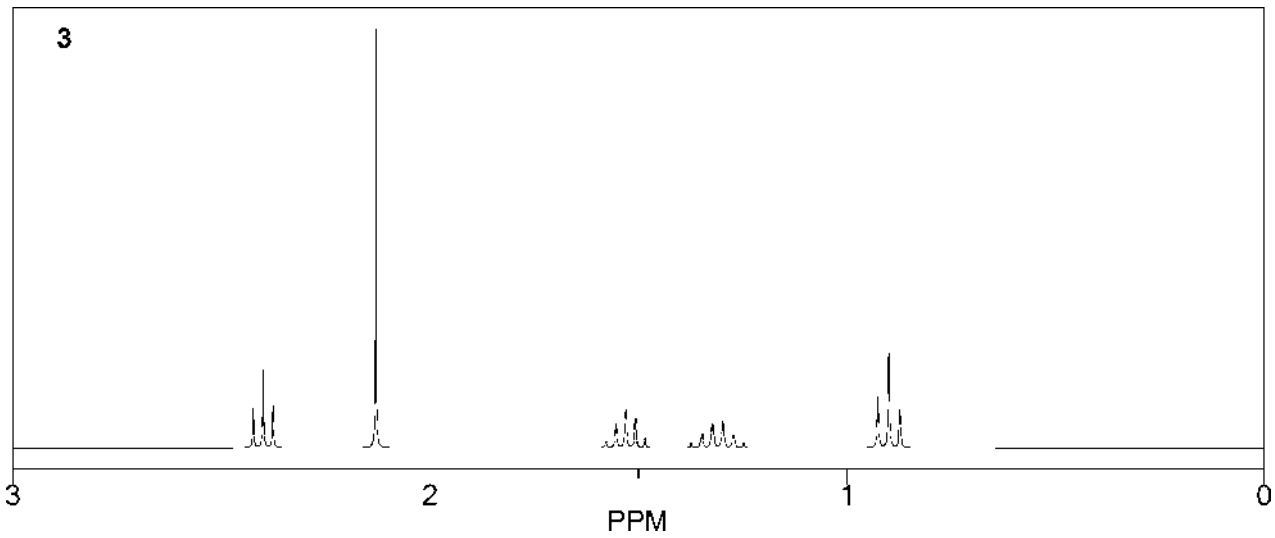
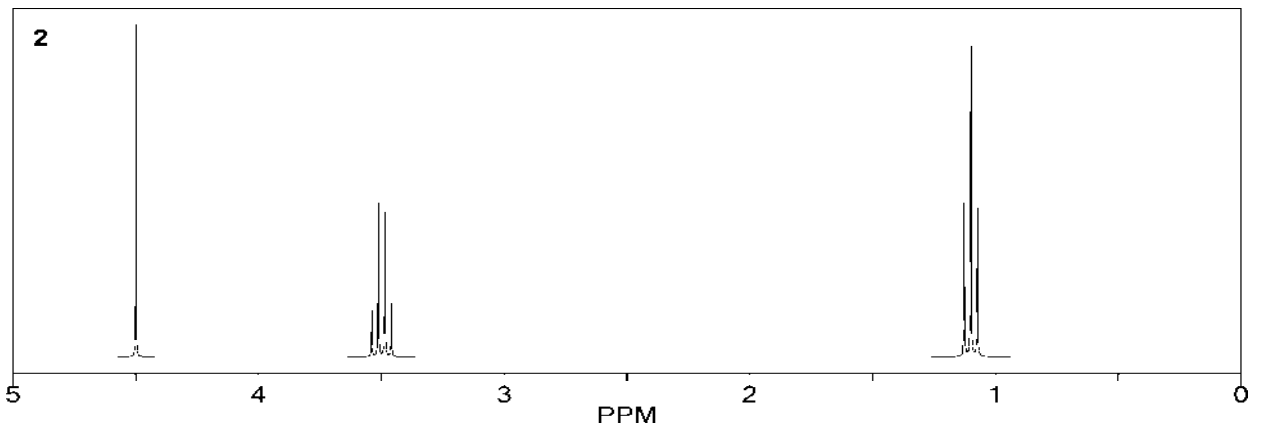
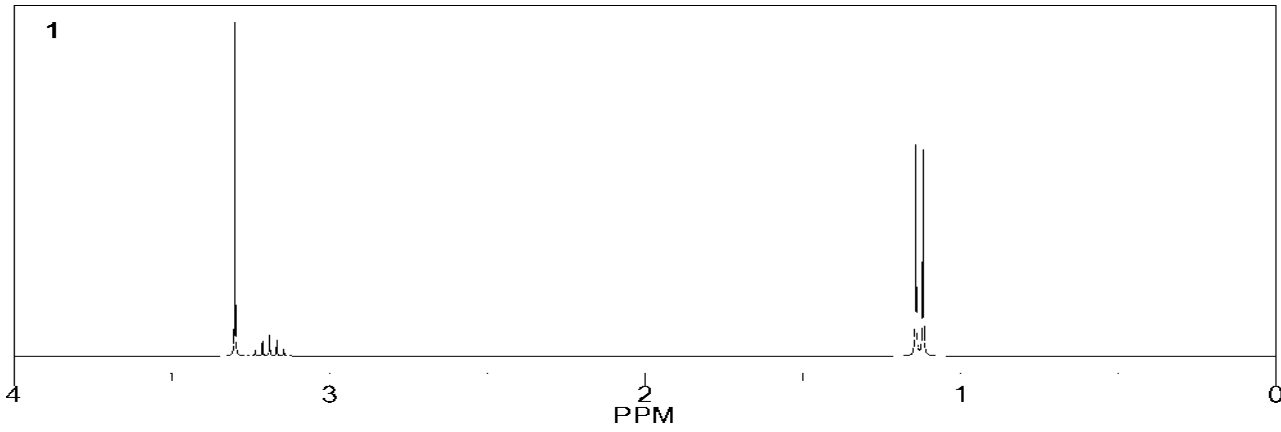




45. Выберите номер правильного ответа

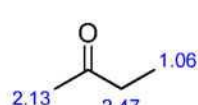
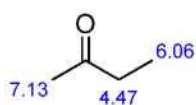
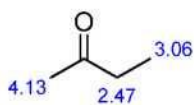
Какой из предложенных спектров по мультиплетности и химическому сдвигу сигналов соответствует спектру диэтоксиметана?



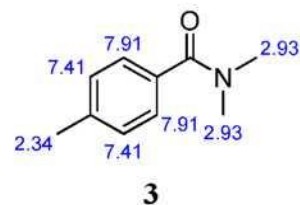
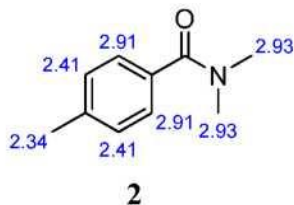
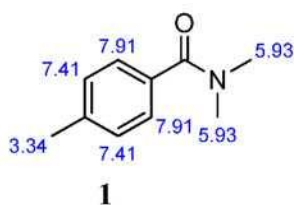


46. Выберите номер правильного ответа

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

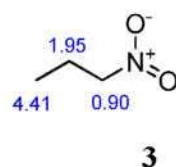
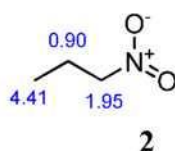
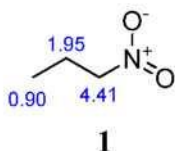


47. Выберите номер правильного ответа



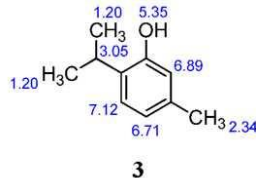
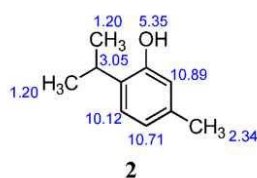
53. Выберите номер правильного ответа

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?



Комплект заданий для контрольных работ по дисциплине Физические методы исследования

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.

№ вариан- та п/п	Хим. сдвиг (м.д.)	Мультиплет- ность	Относит. интенсив.	Брутто- формула	Класс соединения
1	4,60 6,05	триплет дублет	1 2	$C_3H_3Cl_5$	Пентахлор- пропан
2	2,22 2,68 4,14	триплет синглет дублет	1 1 2	C_3H_4O	
3	3,40 4,20	триплет триплет	1 1	$C_3H_4O_2$	
4	2,20 3,65	Мультиплет триплет	1 2	$C_3H_6Cl_2$	
5	1,00 2,43 4,35	Триплет Мультиплет триплет	3 2 1	$C_3H_6Cl_2$	
6	2,72 4,90	Квинтет (5) триплет	1 2	C_3H_6O	
7	3,60	синглет	1	$C_3H_6O_3$	
8	5,00	синглет	1	$C_3H_6O_3$	
9	1,30 2,23 6,50	триплет квартет синглет	3 2 2	C_3H_7NO	
10	1,54 4,60	дублет квартет	6 1	$C_3H_7NO_2$	
11	1,05 2,10 4,45	триплет секстет триплет	3 2 2	$C_3H_7NO_2$	
12	1,13 3,20 3,90	дублет септет (7) синглет	6 1 1	C_3H_8O	
13	1,20 2,05 2,50	триплет синглет квартет	3 3 2	C_3H_8S	
14	1,40 4,40 6,00	триплет квартет синглет	3 2 1	$C_4H_6O_2Cl_2$	
15	1,92 4,00 5,08	синглет синглет дублет	3 2 2	C_4H_7Br	
16	2,25 3,00 3,85	синглет триплет триплет	3 2 2	C_4H_7OCl	
17	1,65	дублет	3	C_4H_7OCl	

	2,25	синглет	3		
	4,55	квартет	1		
18	0,92	триплет	3	C_4H_7OCl	
	2,85	квартет	2		
	3,50	синглет	2		
19	3,60	триплет	2	C_4H_7NO	
	3,40	синглет	3		
	2,50	триплет	2		
20	1,60	синглет	1	C_4H_7NO	
	3,30	синглет	6		
20	1,28	триплет	3	$C_4H_7O_2Cl$	
	4,08	синглет	2		
	4,30	квартет	2		
21	1,05	триплет	3	$C_4H_7O_2Br$	
	2,12	мультиплет	2		
	4,08	триплет	1		
	11,0	синглет	1		
22	1,10	триплет	3	C_4H_8O	
	2,15	синглет	3		
	3,70	квартет	2		
23	0,95	триплет	3	C_4H_8O	
	1,78	мультиплет	2		
	4,06	триплет	2		
	8,22	синглет	1		
24	1,20	триплет	3	$C_4H_8O_2$	
	2,05	синглет	3		
	4,20	квартет	2		
25	1,18	триплет	3	$C_4H_8O_3$	
	3,84	квартет	2		
	4,08	синглет	2		
	11,0	синглет	1		
26	1,05	дублет	6	C_4H_9Br	
	1,95	мультиплет	1		
	3,35	дублет	2		
27	1,09	триплет	3	C_4H_9Br	
	1,82	дублет	3		
	1,96	мультиплет	2		
	4,05	синглет	1		
28	1,10	синглет	9	$C_4H_{10}O$	
	4,10	синглет	1		
29	3,58	синглет	3	$C_5H_6O_2$	
	5,10	дублет	2		
	5,50	триплет	1		
30	1,50	синглет	6	C_5H_8O	

	2,10	синглет	1		
	2,25	синглет	1		
31	1,05	дублет	6	$C_5H_{10}O_2$	
	1,96	синглет	3		
	4,85	мультиплет	1		
32	2,52	триплет	2	$C_5H_{10}O_3$	
	3,30	синглет	3		
	3,54	триплет	2		
	3,70	синглет	3		
33	1,02	триплет	3	$C_5H_{11}Cl$	
	1,68	синглет	6		
	1,88	квартет	2		
34	5,40	синглет	1	$C_6H_6O_2$	Ароматическое соединение
	6,90	синглет	2		
35	2,00	синглет	3	C_6H_{10}	
	5,00	синглет (шир.)	2		
36	1,95	синглет	3	$C_6H_{10}O$	Кетон
	2,10	синглет	6		
	6,10	синглет	1		
37	1,46	синглет	3	$C_6H_{12}O_2$	
	2,00	синглет	1		
38	1,30	триплет	3	$C_6H_{13}NO_2$	
	2,42	синглет	6		
	3,20	синглет	2		
	4,15	квартет	2		
39	1,95	синглет	3	$C_6H_{13}NO_2$	
	2,22	синглет	6		
	2,45	триплет	2		
	4,05	триплет	2		
40	3,30	синглет	3	$C_6H_{14}O_3$	
	3,60	синглет	4		
41	4,40	синглет	2	C_7H_8O	
	4,85	синглет	1		
	7,25	синглет	5		
42	1,13	триплет	3	$C_7H_{12}O_4$	
	3,32	синглет	2		
	4,18	квартет	1		
43	1,15	триплет	9	$C_7H_{16}O_3$	
	4,40	квартет	6		
	5,00	синглет	1		
44	6,70	дублет	1	C_8H_7Br	
	7,05	дублет	1		

	7,23	синглет	5		
45	3,90	синглет	3	$C_8H_8O_2$	
	7,55	2 дублета	4		
	9,90	синглет	1		
46	2,25	синглет	3	C_8H_{10}	
	7,00	синглет	2		
47	1,38	дублет	3	$C_8H_{11}N$	
	1,58	синглет	2		
	4,10	квартет	2		
	7,30	синглет	5		
48	1,05	синглет	3	$C_8H_{14}O_2$	
	1,23	синглет	3		
	2,45	синглет	1		
49	1,20	триплет	3	$C_8H_{14}O_4$	
	2,65	синглет	2		
	4,10	квартет	2		
50	1,21	триплет	6	$C_8H_{15}NO$	Кетон
	1,96	синглет	3		
	3,15	квартет	4		
	4,95	дублет	1		
	7,26	дублет	1		
51	3,50	синглет	1	C_9H_8O	
	7,20	синглет	1		
52	2,00	мультиплет	1	C_9H_{10}	
	2,95	триплет	2		
	7,30	синглет	2		
53	2,00	дублет	2	$C_9H_{10}Br_2$	
	4,52	мультиплет	1		
	5,05	дублет	2		
	7,40	синглет	5		
54	2,45	синглет	3	$C_9H_{10}O$	
	2,62	синглет	3		
	7,50	2 дублета	4		
55	2,10	синглет	3	$C_9H_{11}NO$	
	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		

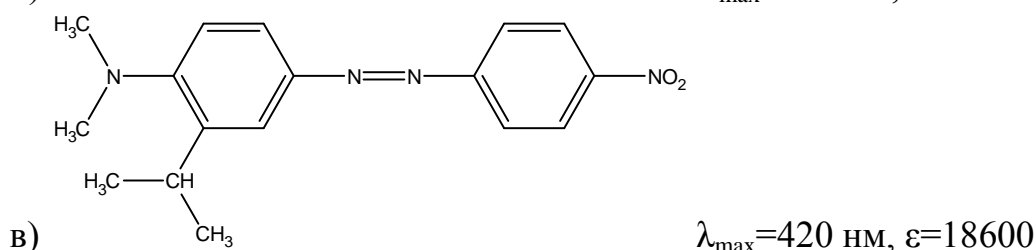
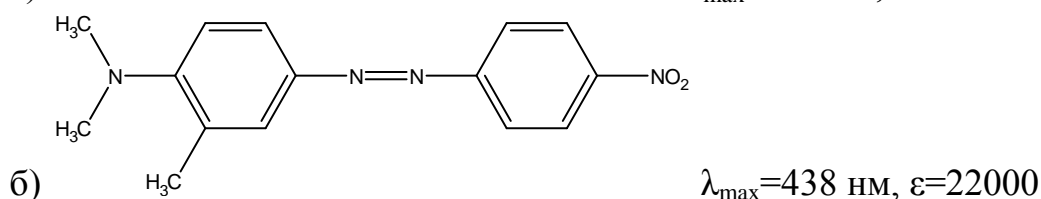
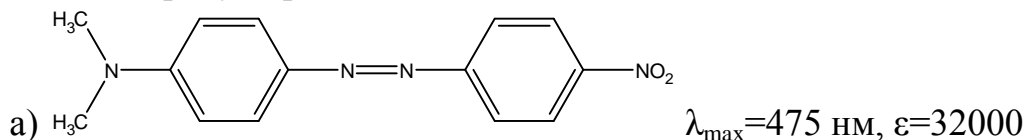
	7,10	синглет	5		
58	1,55	синглет	6	$C_{10}H_{13}Cl$	
	3,05	синглет	2		
	7,30	синглет	5		
59	1,78	синглет	3	$C_{10}H_{13}NO$	
	2,25	синглет	3		
	3,20	синглет	3		
	7,30	мультиплет	4		
60	1,40	триплет	3	$C_{10}H_{13}NO_2$	
	2,15	синглет	3		
	4,00	квартет	2		
	7,15	2 дублета	4		
	7,00	синглет (шир)	1		
61	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	
--	------	---------	----	--

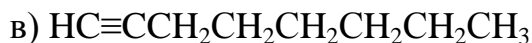
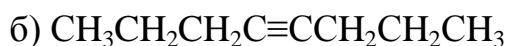
Контрольная работа №2 «Использование методов ЯМР и масс-спектрометрии в структурном анализе»

Вариант 1

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

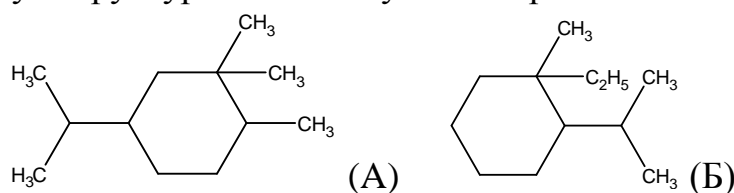


2. В ИК-спектре вещества наблюдаются полосы поглощения 3300, 2950, 2860, 2120, 1465 и 1385 см^{-1} . Определите, какому из приведенных ниже соединений принадлежит приведенный спектр? Произведите полное отнесение полос.

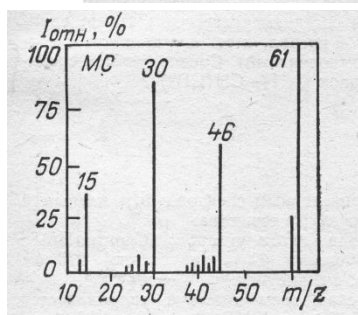
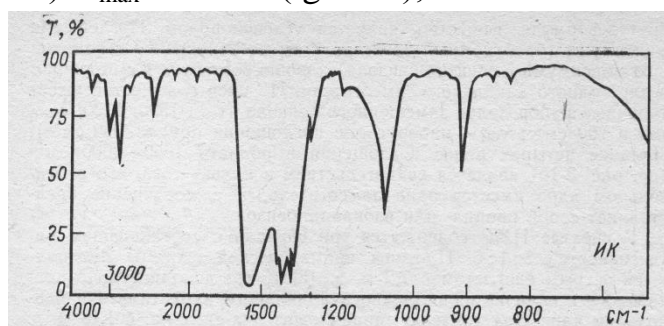


3. Соединение $\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{Br}$ при окислении KMnO_4 превращается в бензойную кислоту и имеет в спектре ПМР три синглета при δ 1.7; 3.1 и 7.3 м.д. с соотношением интегральных интенсивностей 6:2:5 соответственно. Определите структуру соединения.

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

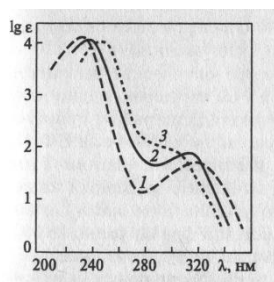


5. Установите структуру вещества. Спектр ПМР: 4.2 м.д., с (3H); УФ (гексан): $\lambda_{\max}=273$ нм ($\lg \epsilon$ 1.3); ИК и масс-спектры смотрите на рис.



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.

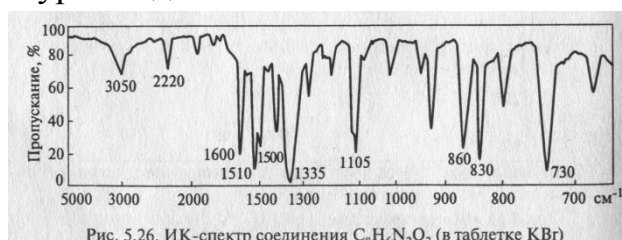


Рис. 5.26. ИК-спектр соединения $C_8H_6N_2O_2$ (в таблетке KBr)

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.

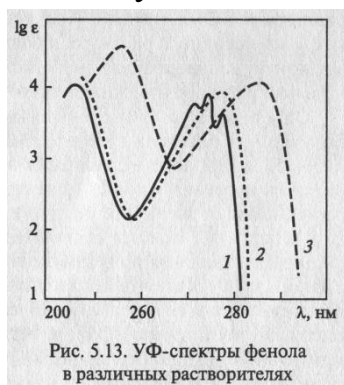
Определите структуру соединения.

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 (cm^{-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).

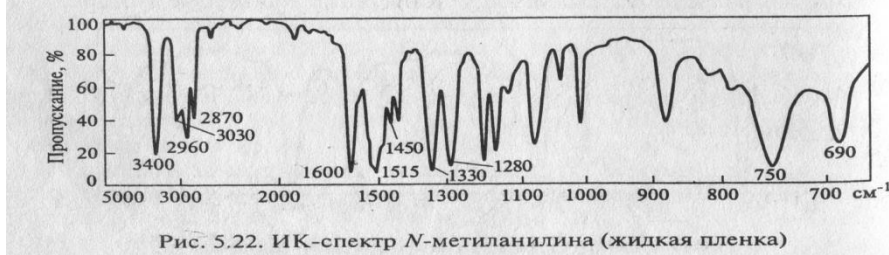
Вариант 3

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.

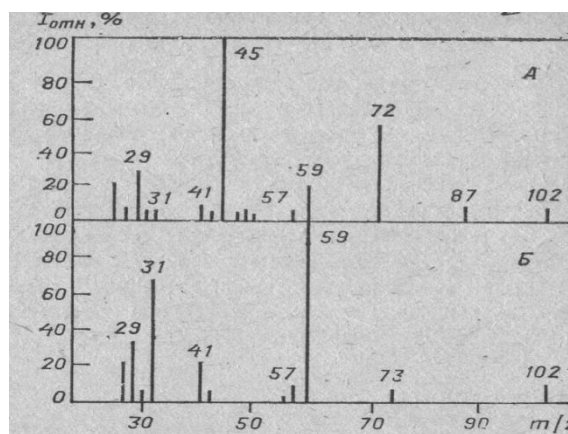
5.15. Проведите отнесение полос поглощения в ИК-спектре *N*-метиланилина (рис. 5.22).



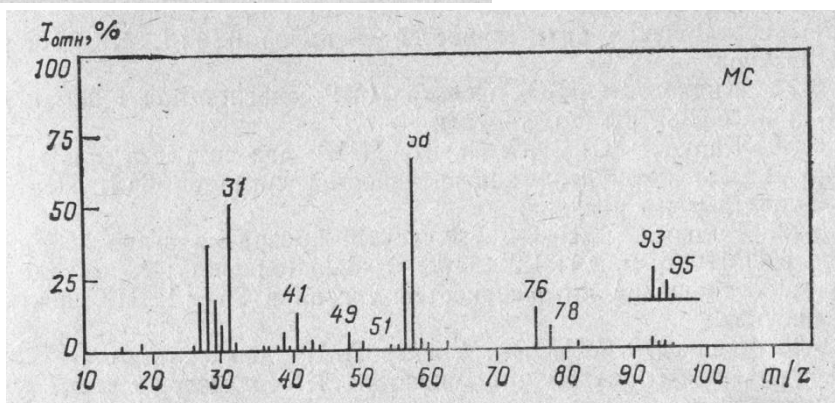
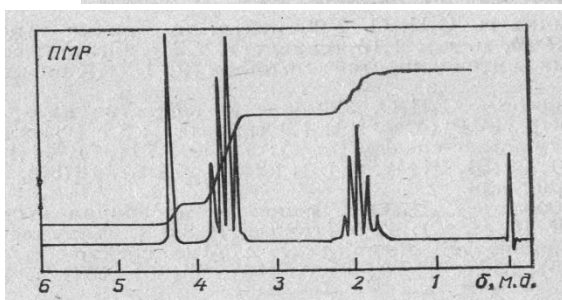
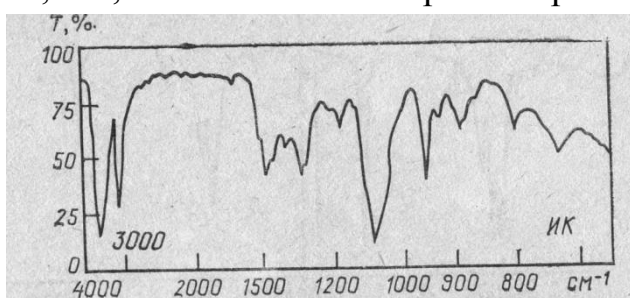
3. Гидрированием антрацена получено соединение, в спектре ПМР которого два синглета при δ 4.0 и 7.2 м.д. с соотношением интегральных интенсивностей 1:2, соответственно. Определите структуру соединения и напишите уравнение реакции.

4.

На рис. приведены масс-спектры изомерных эфиров – этилизообутилового 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?

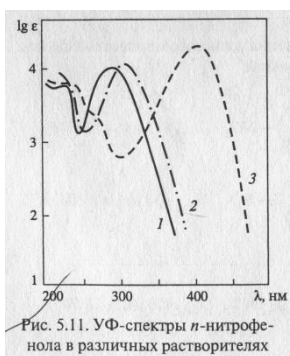
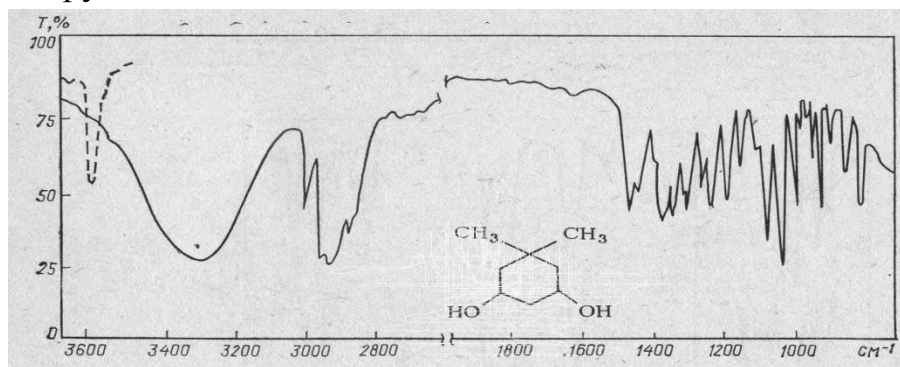


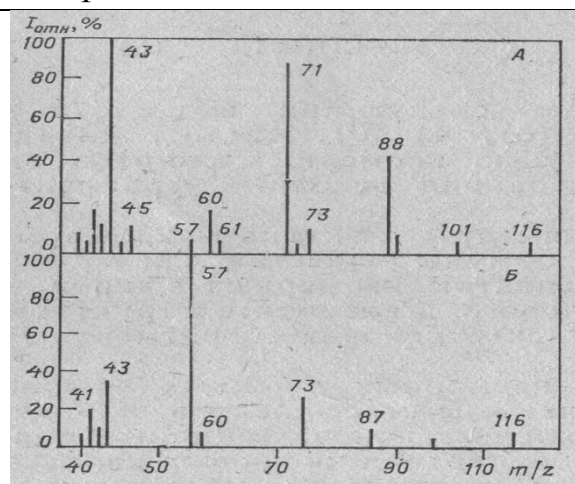
Рис. 5.11. УФ-спектры *p*-нитрофенола в различных растворителях

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 $3600-3100\text{ см}^{-1}$ исчезает и вместо нее появляется узкая полоса при 3600 см^{-1} . Определите конфигурацию гидроксильных групп данного диола.

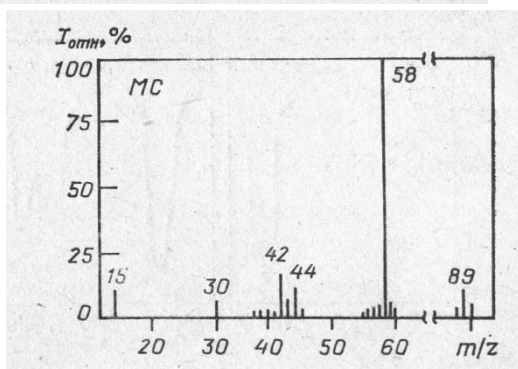
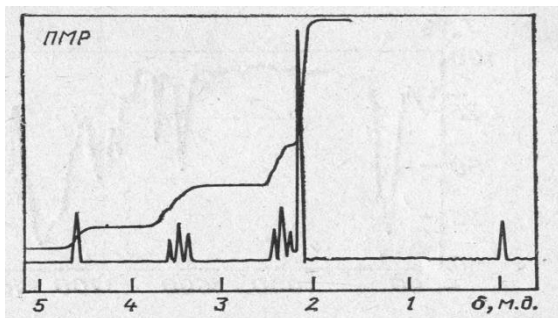
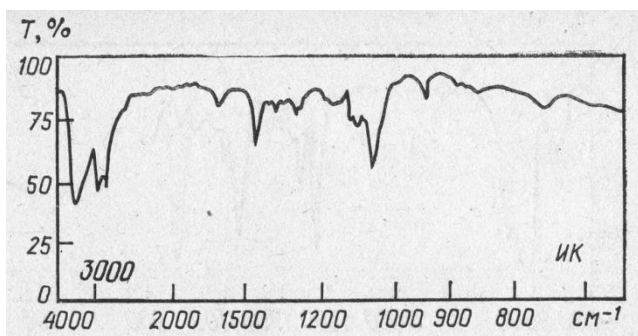


5. Изобутилен обработан бромоводородом. В спектре ПМР продукта реакции: δ (м.д.) 1.0, д; 2.1, м; 3.2, д, с соотношением интегральных интенсивностей 6:1:2 соответственно. Установите, произошло ли присоединение по правилу Марковникова или против него.

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

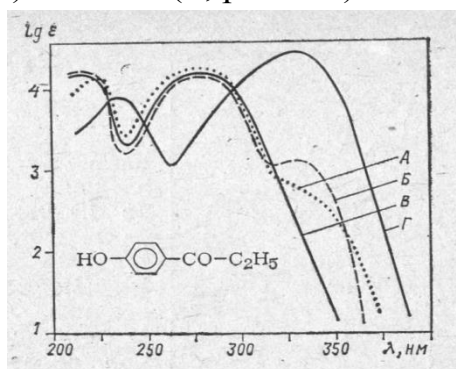


5. Установите структуру вещества $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}$. УФ-спектр: прозрачно выше 200 нм; ИК, ПМР и масс-спектры смотрите на рис.



Вариант 5

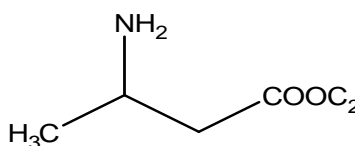
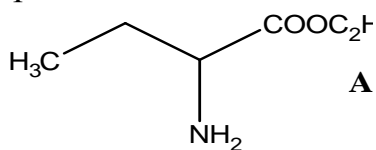
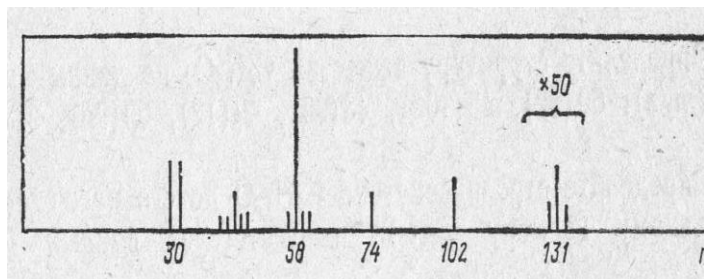
1. Объясните, чем вызваны различия в УФ-спектрах 4-гидроксипропиофенона, полученных в циклогексане (А), этаноле (Б) и в водных растворах HCl (В, Ph 3.0) и NaOH (Г, pH 11.0).



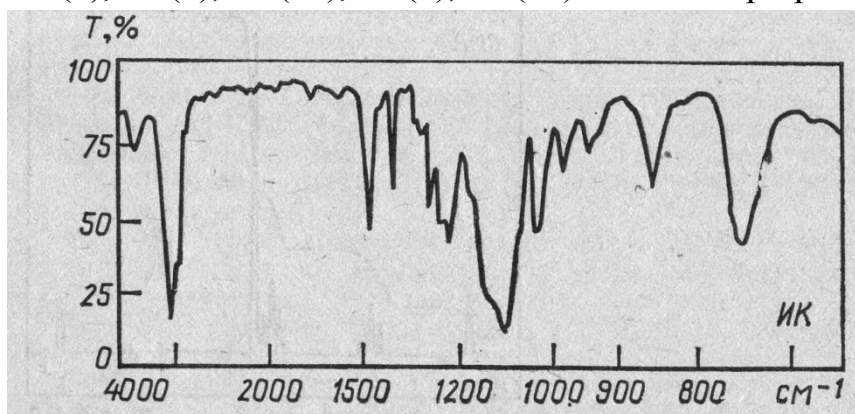
2. Углеводород C_6H_{12} имеет в ИК-спектре полосы поглощения при 3045 и 1650 cm^{-1} . В результате озонлиза исходного соединения образуются альдегид и кетон с одинаковым числом атомов углерода в молекуле. Напишите структурную формулу углеводорода, а также уравнение реакции.

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?

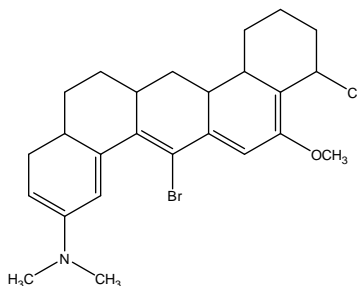


5. Установите структуру вещества. Жидкость $C_4H_{10}O_2$. УФ: прозрачно. Спектр ПМР: два синглета при 3.06 и 3.3 м.д., соотношение интенсивностей 3:2. Масс-спектр, m/z (%): 90 (22), 60 (18), 58 (9), 46 (7), 45 (100), 43 (6), 31 (8), 29 (19), 28 (8), 15 (12). ИК-спектр приведен.

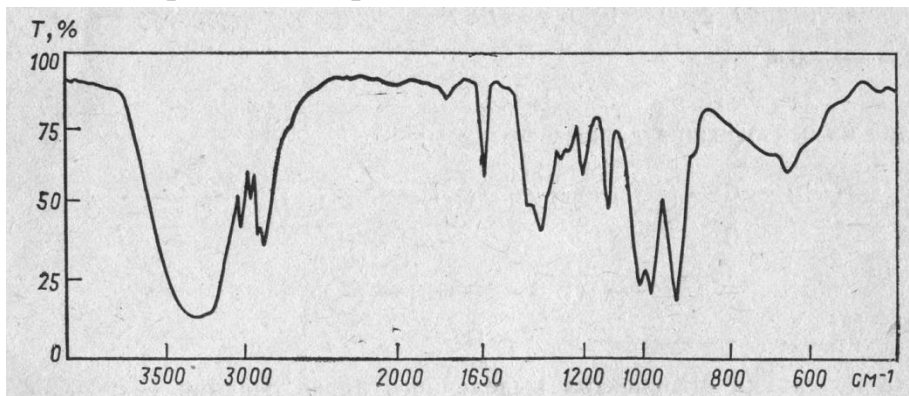


Вариант 6

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



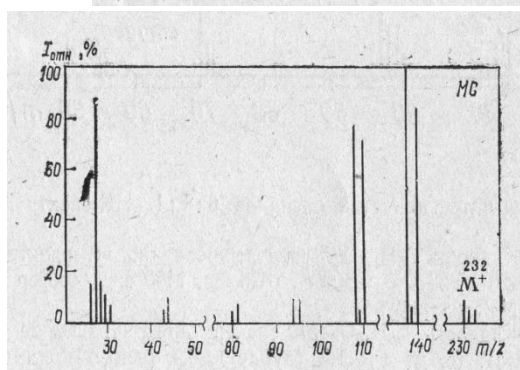
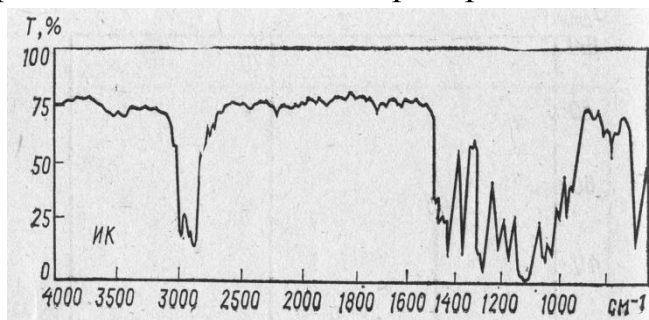
2. Определите строение соединения C_3H_6O по данным ИК-спектра.



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.

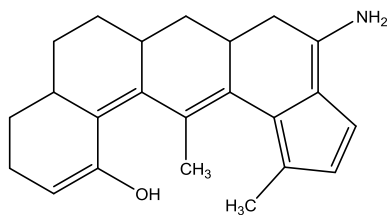
4. Установите строение соединения $C_6H_{14}O$ по его масс-спектру: m/z (I) – 102(1), 87(20), 59(12), 45(100), 43(60), 41(16), 39(12), 29(5), 27(20).

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.

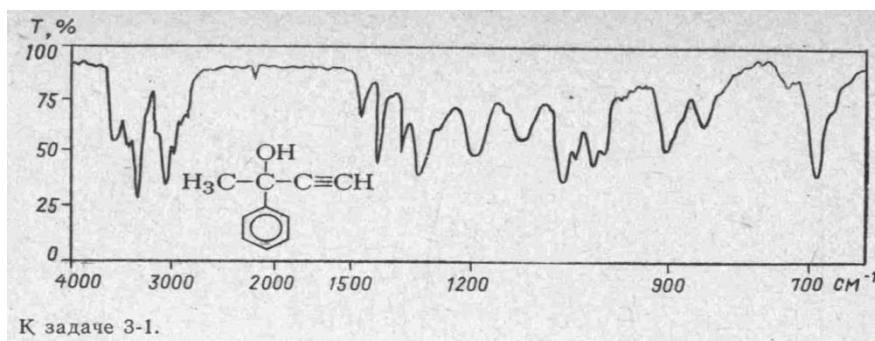


Вариант 7

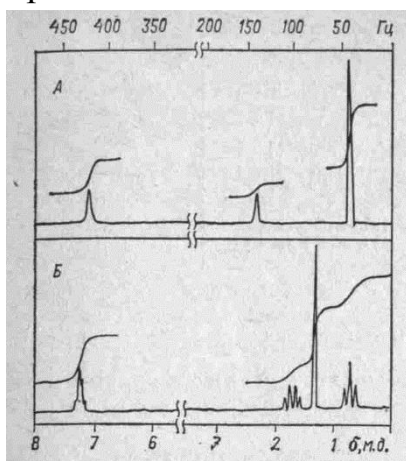
1. Рассчитайте λ_{max} полосы поглощения в полиеновом хромофоре.



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

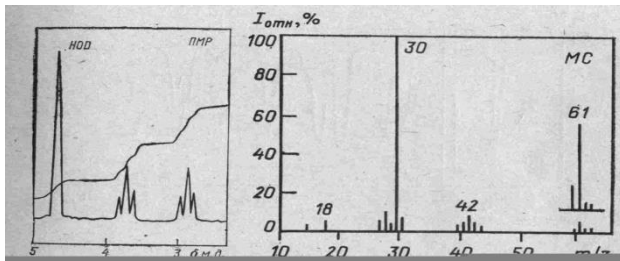
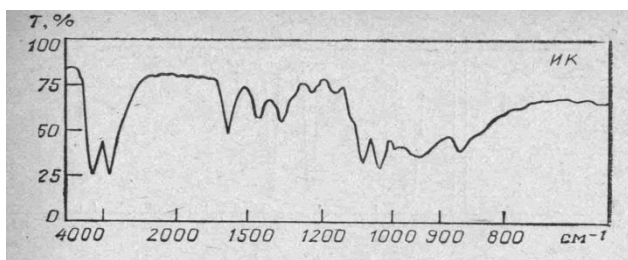


3. Два изомерных углеводорода $C_{11}H_{16}$ при окислении перманганатом калия образуют одну и ту же кислоту. На основании спектров ПМР установите структуры соединений А и Б. Какова рабочая частота прибора?



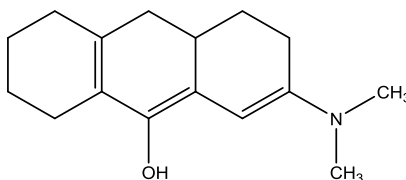
4. Определите элементный состав соединения по интенсивностям изотопных пиков молекулярного иона: m/z (I, %) – 72(100), 73(3.5), 74(0.5). Приведите возможные варианты структурных формул.

5. Бифункциональное вещество C_2H_7ON , способное ацилироваться по обеим функциональным группам. Спектр ПМР (D_2O), ИК, масс-приведены на рисунках.

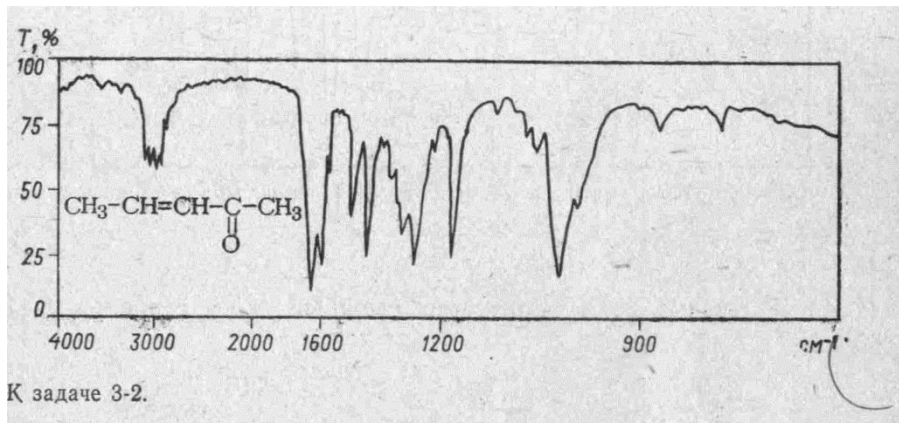


Вариант 8

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



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

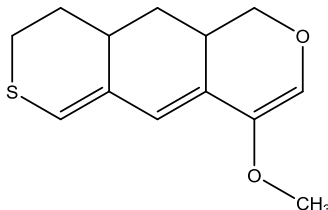


3. После обработки броммалонового эфира раствором соды в спектре ПМР остаются два сигнала: 1.1 м.д., т и 4.0 м.д., к. Соединение не содержит натрия. В какое вещество превратился броммалоновый эфир?
4. Определите элементный состав соединения по интенсивностям изотопных пиков молекулярного иона: m/z (I,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

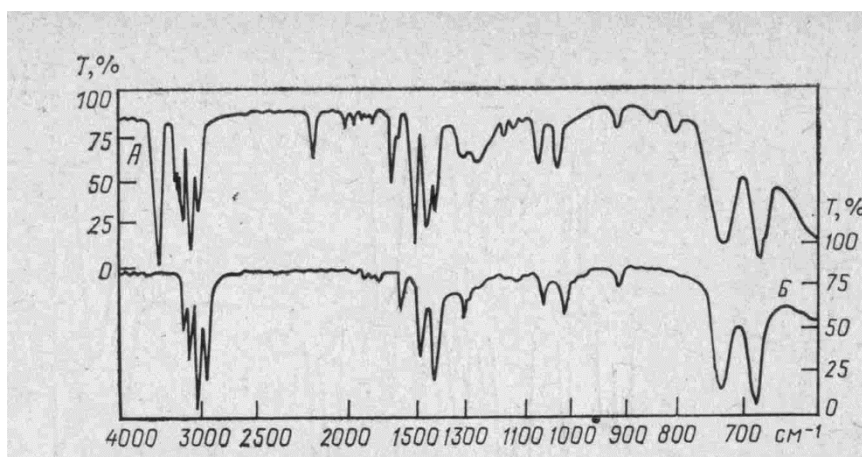
5. Жидкость $C_4H_4Cl_2$, ИК-спектр (cm^{-1}): 2960 шир. ср., 2240 сл., 1430 ср., 1265 с., 1165 с., 710 с.; Спектр ПМР: 4.15 с. Определите структурную формулу вещества.

Вариант 9

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

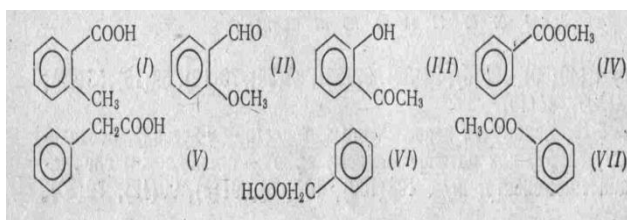
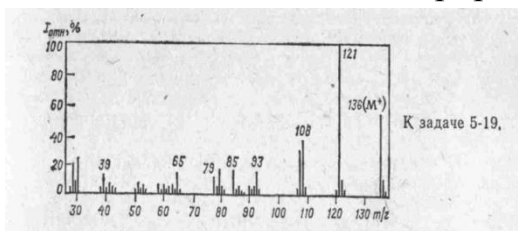


2. При последовательной обработке ацетилена эквимольными количествами амида натрия и 1-бром-3-фенилпропана синтезировано соединение (А); последовательной обработкой этого вещества эквимольными количествами амида натрия и йодметана синтезировано соединение (Б). Какому веществу принадлежит каждый из представленных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

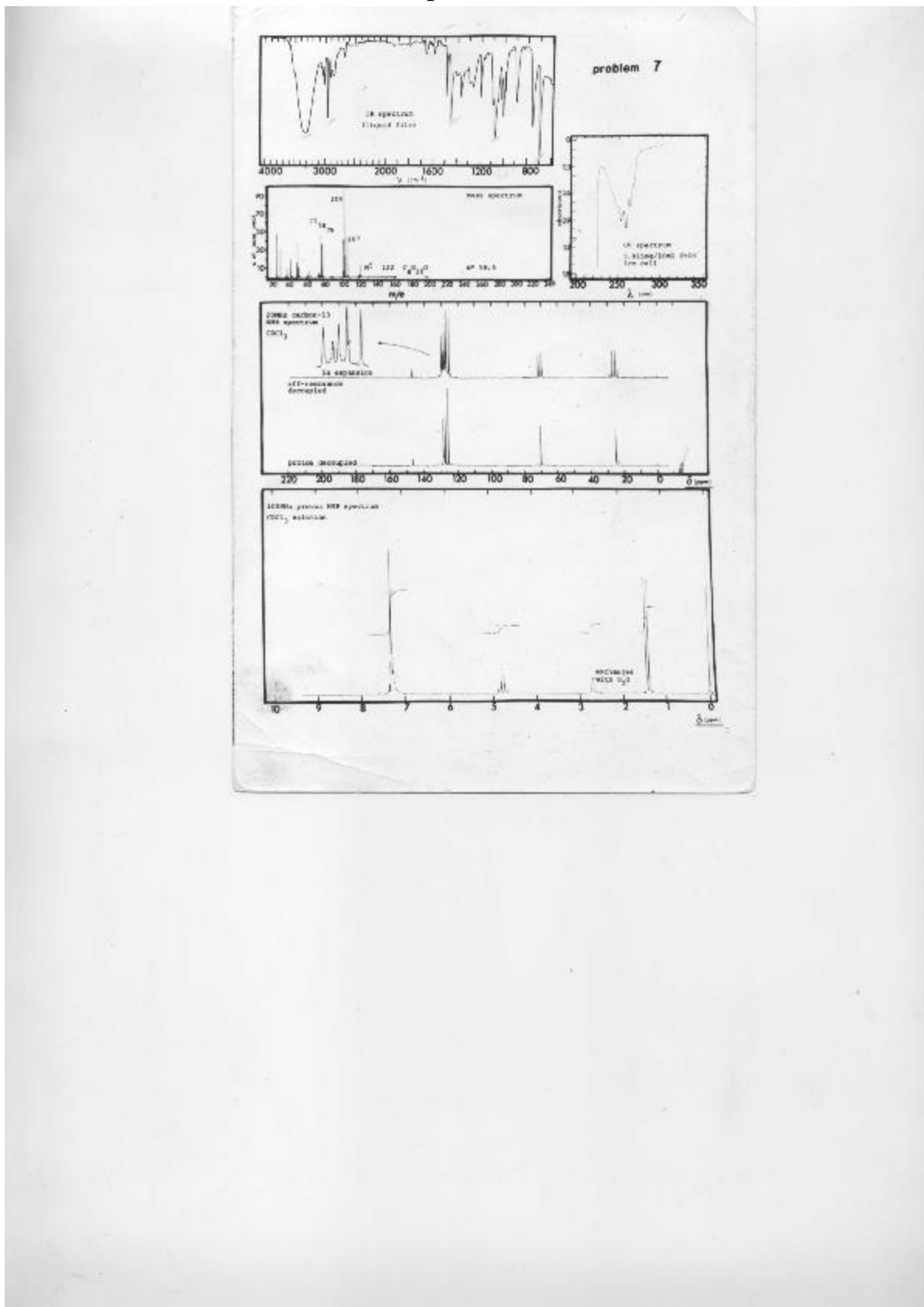
4. Какому из перечисленных веществ принадлежит масс-спектр? Докажите с помощью интерпретации фрагментных пиков.



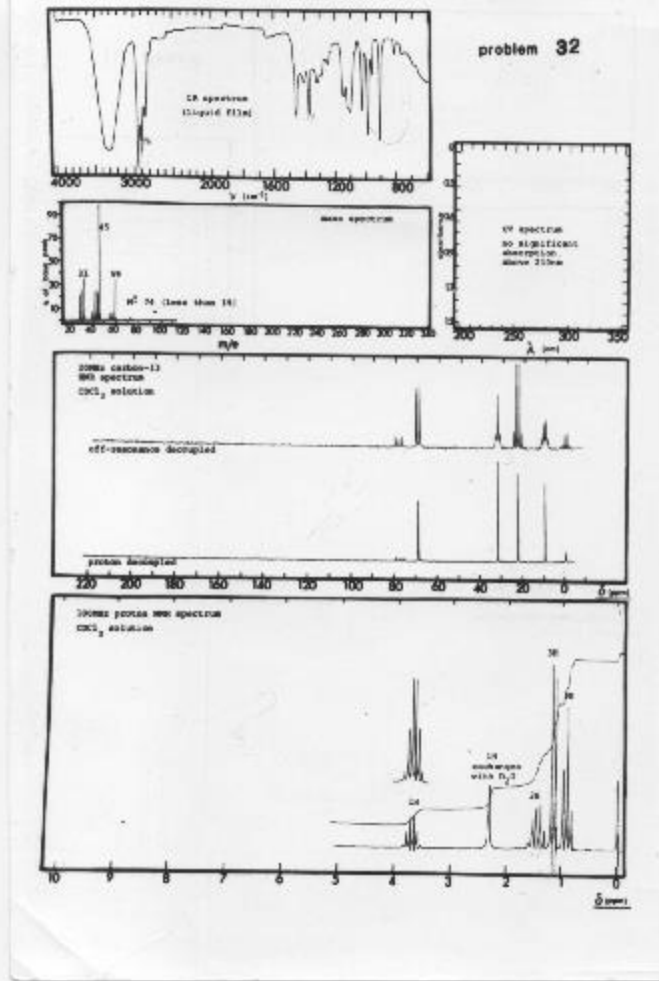
5. Соединение $C_6H_{10}O_2$ существует в форме двух геометрических изомеров; обесцвечивает бромную воду. Спектр ПМР, масс-спектр и ИК-спектр приведены.

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

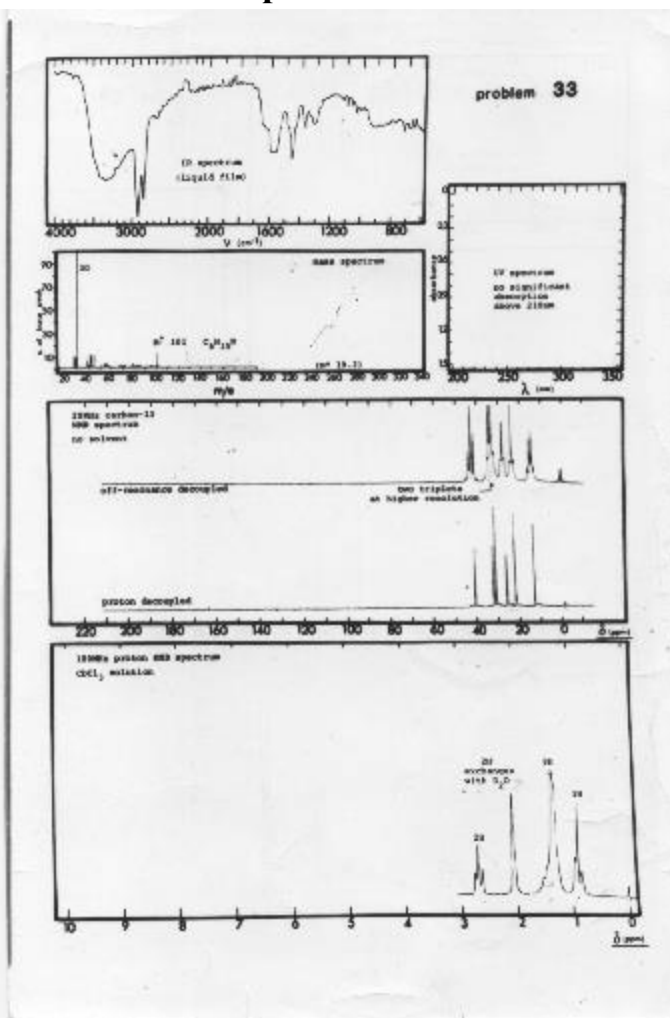
Вариант 1



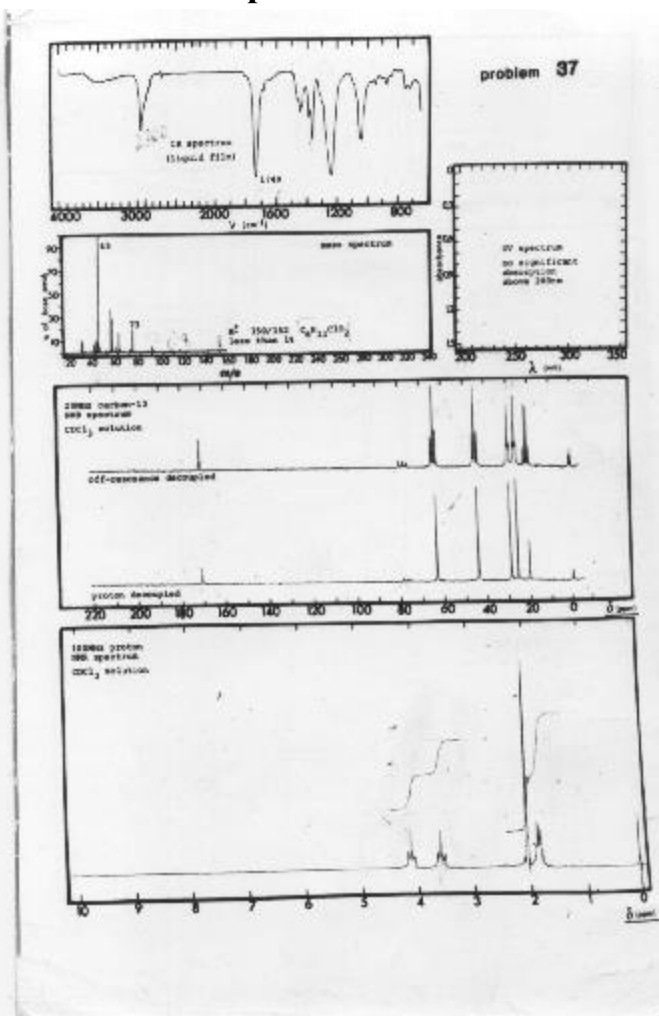
Вариант 2



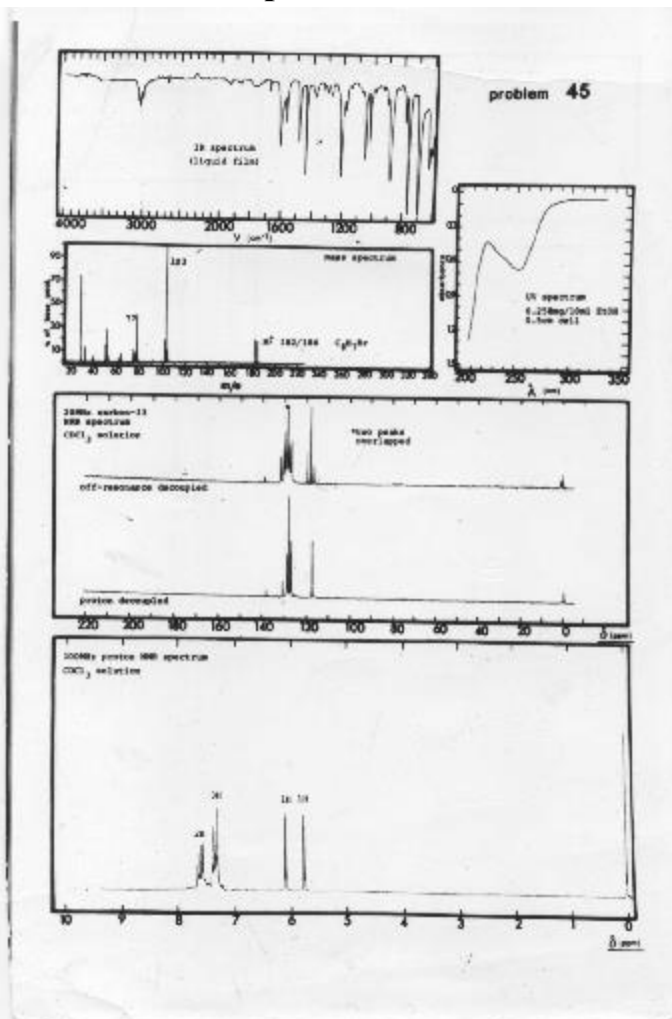
Вариант 3



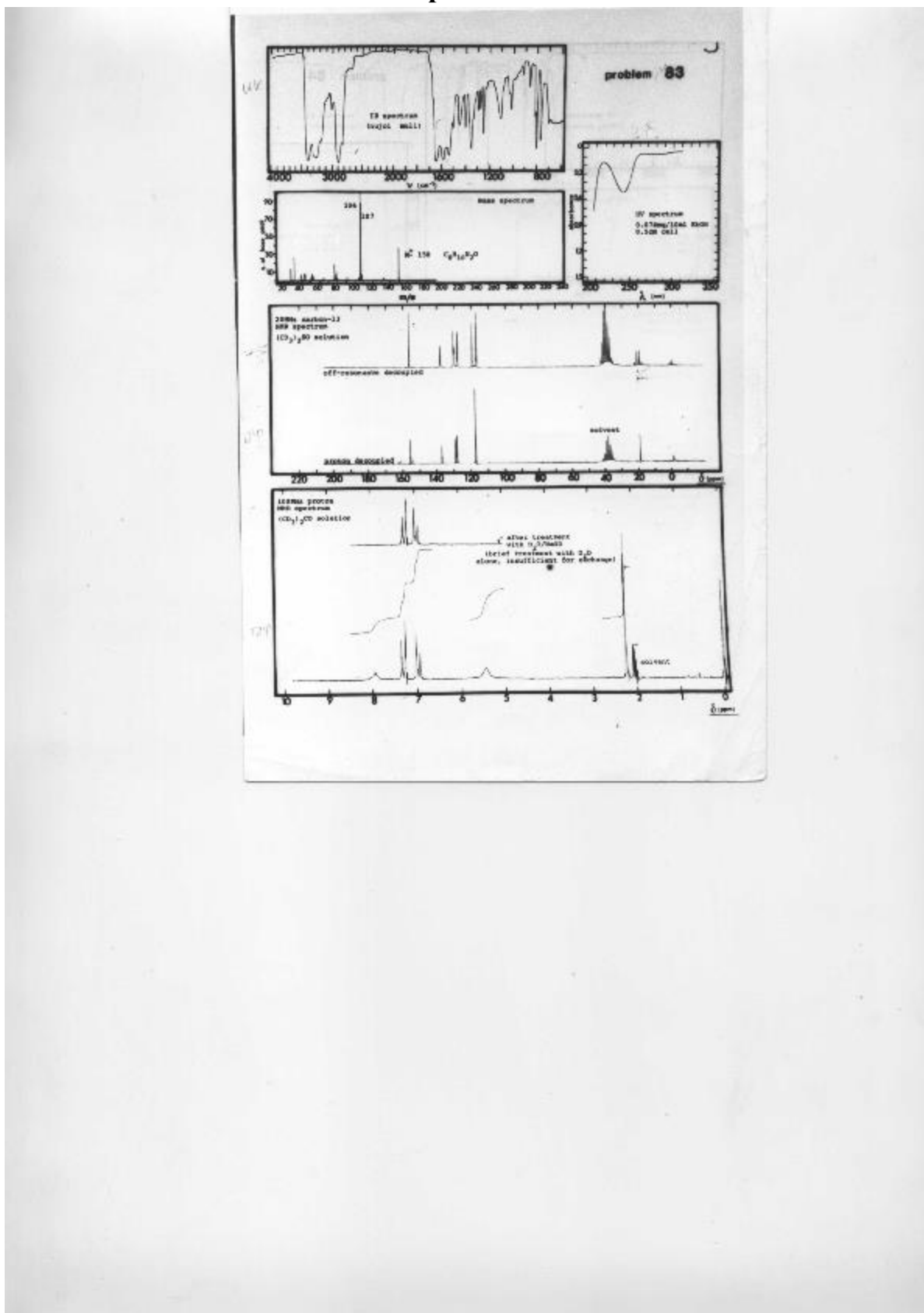
Вариант 4



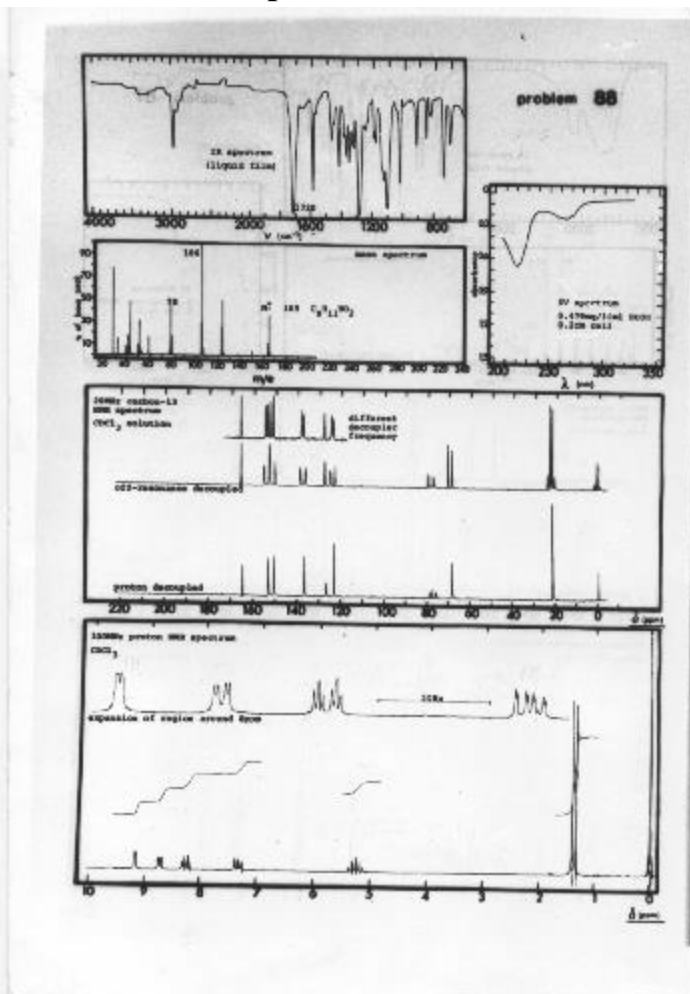
Вариант 5



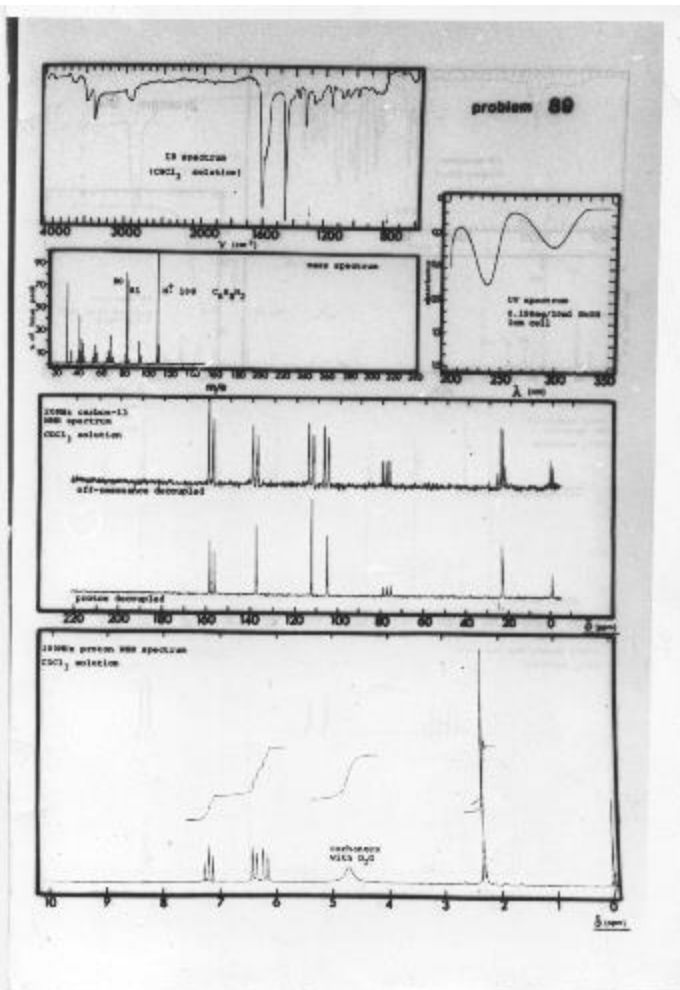
Вариант 6



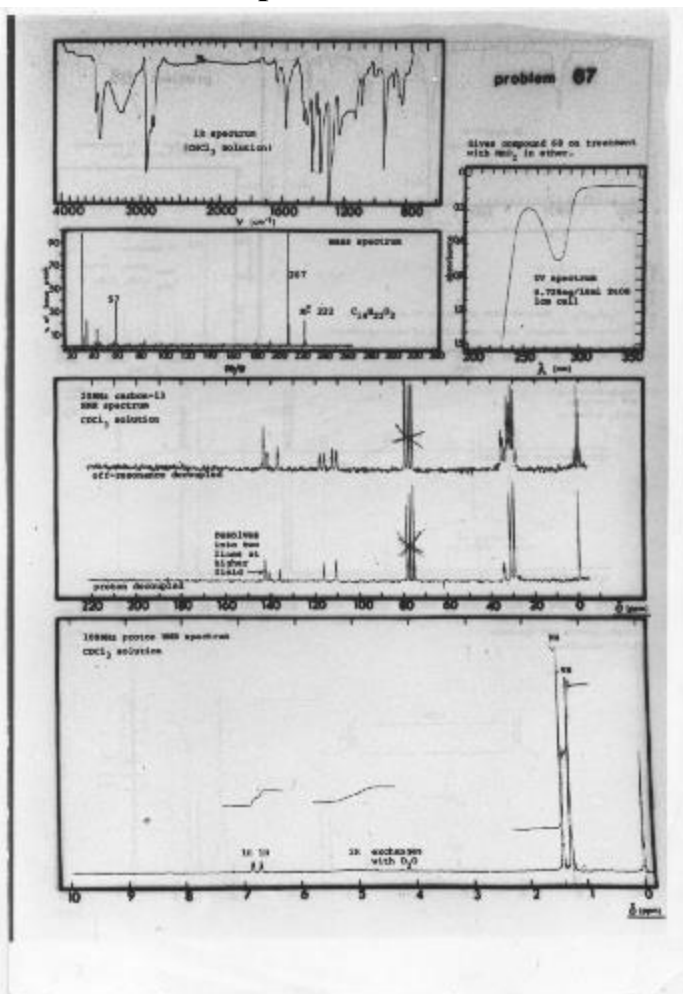
Вариант 7



Вариант 8



Вариант 10



Критерии оценки знаний умений и навыков при текущей проверке

Оценка устных ответов:

Отметка "Отлично"

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

Отметка "Хорошо"

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

Отметка "Удовлетворительно"

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

Отметка "Неудовлетворительно"

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