



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

ИНСТИТУТ НАУКОЕМКИХ ТЕХНОЛОГИЙ И ПЕРЕДОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ
по дисциплине «Синтез и исследование координационных соединений»
Направление подготовки 04.03.01 Химия
Профиль «Фундаментальная и прикладная химия (совместно с ИХ ДВО РАН и ТИБОХ
ДВО РАН)»
Форма подготовки очная

Владивосток
2023

Содержание

I. Перечень форм оценивания, применяемых на различных этапах формирования компетенций в ходе освоения дисциплины / модуля «Название дисциплины»	3
II. Текущая аттестация по дисциплине / модулю «Наименование дисциплины»	14
III. Промежуточная аттестация по дисциплине «Наименование дисциплины»	20

I. Перечень форм оценивания, применяемых на различных этапах формирования компетенций в ходе освоения дисциплины «Синтез и исследование координационных соединений»

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Код и наименование индикатора достижения	Результаты обучения	Оценочные средства *	
				текущий контроль	промежуточная аттестация
1	Тема № 1 Способы синтеза координационных соединений	ПК-1.1 Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР	<p>Знает способы планирования отдельных стадий исследования при наличии общего плана НИР</p> <p>Умеет планировать отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР</p> <p>Владеет навыками планирования отдельных стадий исследования при наличии общего плана НИР</p>	УО-1 ПР-6	-
		ПК-1.2 Готовит элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР	Знает основные элементы документации, проекты планов и	УО-1 ПР-6	-

			<p>программ отдельных этапов НИР</p> <p>Умеет осуществлять подготовку элементов документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР</p> <p>Владеет навыками подготовки элементов документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР</p>	УО-3	
		ПК-1.3 Выбирает технические средства и методы исследований (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР	<p>Знает технические средства и методы исследований (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР</p> <p>Умеет выбирать технические средства и методы исследований (из набора имеющихся) для решения</p>	УО-1 ПР-6	-

			<p>поставленных задач НИР</p> <p>Владеет навыками работы с техническими средствами и методами исследований (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР</p>		
		ПК-1.4 Готовит объекты исследования	<p>Знает способы подготовки объектов исследования</p> <p>Умеет готовить объекты исследования</p> <p>Владеет навыками подготовки объектов исследования</p>	<p>УО-1</p> <p>ПР-6</p>	-
		ПК-3.1 Планирует отдельные стадии технических испытаний при наличии общего плана НИОКР	<p>Знает способы планирования отдельных стадий технических испытаний при</p>	<p>УО-1</p> <p>ПР-6</p>	-

			<p>наличии общего плана НИОКР</p> <p>Умеет планировать отдельные стадии технических испытаний при наличии общего плана НИОКР</p> <p>Владеет навыками планирования отдельных стадий технических испытаний при наличии общего плана НИОКР</p>		
		<p>ПК-3.2 Готовит элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИОКР</p>	<p>Знает основные элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИОКР</p> <p>Умеет осуществлять подготовку элементов документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИОКР</p>	<p>УО-1</p> <p>ПР-6</p> <p>УО-3</p>	-

			<p>Владеет навыками подготовки элементов документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИОКР</p>		
		<p>ПК-3.3 Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИОКР</p>	<p>Знает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИОКР</p> <p>Умеет выбирать технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИОКР</p> <p>Владеет навыками работы с техническими средствами и методами испытаний (из набора имеющихся) для</p>	<p>УО-1</p> <p>ПР-6</p>	-

			решения поставленных задач НИОКР		
		ПК-3.4 Готовит объекты испытаний для проведения НИОКР	<p>Знает способы подготовки объектов испытаний для проведения НИОКР</p> <p>Умеет готовить объекты испытаний для проведения НИОКР</p> <p>Владеет навыками подготовки объектов испытаний для проведения НИОКР</p>	УО-1 ПР-6	-
2	Тема 2. Исследование физико-химических свойств координационных соединений	ПК-1.1 Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР	<p>Знает способы планирования отдельных стадий исследования при наличии общего плана НИР</p> <p>Умеет планировать отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР</p>	УО-1 ПР-6	-

			Владеет навыками планирования отдельных стадий исследования при наличии общего плана НИР		
		ПК-1.2 Готовит элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР	<p>Знает основные элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР</p> <p>Умеет осуществлять подготовку элементов документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР</p> <p>Владеет навыками подготовки элементов документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР</p>	<p>УО-1</p> <p>ПР-6</p> <p>УО-3</p>	-
		ПК-1.3 Выбирает технические средства и методы исследований (из набора	Знает технические средства и методы исследований (из	УО-1	-

		<p>имеющихся) для решения поставленных задач НИР</p>	<p>набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР</p> <p>Умеет выбирать технические средства и методы исследований (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР</p> <p>Владеет навыками работы с техническими средствами и методами исследований (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР</p>	<p>ПР-6</p>	
		<p>ПК-1.4 Готовит объекты исследования</p>	<p>Знает способы подготовки объектов исследования</p> <p>Умеет готовить объекты исследования</p>	<p>УО-1</p> <p>ПР-6</p>	<p>-</p>

			Владет навыками подготовки объектов исследования		
		ПК-3.1 Планирует отдельные стадии технических испытаний при наличии общего плана НИОКР	<p>Знает способы планирования отдельных стадий технических испытаний при наличии общего плана НИОКР</p> <p>Умеет планировать отдельные стадии технических испытаний при наличии общего плана НИОКР</p> <p>Владет навыками планирования отдельных стадий технических испытаний при наличии общего плана НИОКР</p>	УО-1 ПР-6	-
		ПК-3.2 Готовит элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИОКР	Знает основные элементы документации, проекты планов и	УО-1 ПР-6 УО-3	-

			<p>программ отдельных этапов НИОКР</p> <p>Умеет осуществлять подготовку элементов документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИОКР</p> <p>Владеет навыками подготовки элементов документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИОКР</p>		
		<p>ПК-3.3 Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИОКР</p>	<p>Знает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИОКР</p> <p>Умеет выбирать технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения</p>	<p>УО-1</p> <p>ПР-6</p>	-

			<p>поставленных задач НИОКР</p> <p>Владеет навыками работы с техническими средствами и методами испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИОКР</p>		
		ПК-3.4 Готовит объекты испытаний для проведения НИОКР	<p>Знает способы подготовки объектов испытаний для проведения НИОКР</p> <p>Умеет готовить объекты испытаний для проведения НИОКР</p> <p>Владеет навыками подготовки объектов испытаний для проведения НИОКР</p>	<p>УО-1</p> <p>ПР-6</p>	-
3	Экзамен			-	УО-1

II. Текущая аттестация по дисциплине «Синтез и исследование координационных соединений»

Текущая аттестация студентов по дисциплине «Наименование дисциплины» проводится в соответствии с локальными нормативными актами ДВФУ и является обязательной.

Текущая аттестация по дисциплине «Наименование дисциплины» проводится в форме контрольных мероприятий (защиты практической/контрольной работы, реферата, эссе, тестирования — указать то, что используется в таблице выше) по оцениванию фактических результатов обучения студентов и осуществляется ведущим преподавателем.

По каждому объекту дается характеристика процедур оценивания в привязке к используемым оценочным средствам.

Оценочные средства для текущего контроля

1. Вопросы для собеседования

1. Сформулируйте проблему дизайна координационных соединений. Чем отличаются структурно-ориентированные и функционально-ориентированные исследования в области дизайна?
2. Сформулируйте задачи химика-синтетика и выделите из них главные.
3. Опишите принципы известных методов молекулярного моделирования.
4. Опишите недостатки и достоинства использования неэмпирических квантово-механических методов для расчета поверхностей потенциальной энергии многоатомных систем.
5. Опишите применение модели Гиллесли в методе ММ для описания строения комплексных соединений. Укажите параметры модели ММ в этом случае.
6. Опишите принципы молекулярного дизайна координационных соединений с органическими лигандами, в том числе отличия дизайна в моноядерных и полиядерных системах. Приведите примеры применяемых для этого органических лигандов.
7. В чем заключается принцип структурного соответствия? Приведите примеры. Покажите возможность использования хелатного и макроциклического эффектов для предсказания строения первой координационной сферы центрального атома.
8. Строение комплексов с полидентатными лигандами должно определяться стремлением всех хелатных циклов принять оптимальную конформацию. Насколько этот оптимум может быть обусловлен электростатическим расталкиванием циклов?
9. Опишите принципы молекулярного дизайна с применением «молекулярных библиотек»?
10. На чем основана возможность использования «молекулярных библиотек»?
11. Предложите пути синтеза треугольных, тетрагональных и тетраэдрических комплексов.
12. Предложите пути синтеза призматических и кубических комплексов.
13. Сформулируйте различие между координационными и супрамолекулярными соединениями. Можно ли говорить о координационной химии анионов? Если можно, то в каком смысле?
14. Насколько вернеровский принцип координации устарел? Может быть, действительно следует начать разрабатывать обобщенную координационную химию, распространяющуюся на все виды субстратов: катионы, анионы и нейтральные молекулы? Сделайте собственное заключение.
15. Чем различаются термины «самосборка» и «самоорганизация»?
16. Проиллюстрируйте применение приема самосборки на примерах дендримеров и гигантских палладиевых кластеров.

17. Опишите современное состояние проблемы синтеза перовскитоподобных систем для стабилизации в них необычно высоких валентных форм d-переходных элементов и проблему дизайна применительно к ним. Спрогнозируйте возможность реализации иона Fe(VII) в подобных кристаллах.
18. Поясните сущность эффекта смешанной валентности. Приведите примеры.
19. На примере берлинской лазури объясните возможные следствия наличия в таком соединении смешанной валентности (например, с точки зрения мессбауэровской спектроскопии).
20. Приведите примеры координационных соединений, в которых проявляется эффект смешанной валентности. Как можно различить системы разного класса по спектроскопическим данным?
21. Опишите модель двух состояний и спектроскопические критерии, используемые при различении соответствующих классов, а также условия их существования.
22. Опишите сущность моделей трех и четырех состояний, а также их отличие от модели двух состояний. Насколько значимы следствия сложных моделей по сравнению с моделью двух состояний?
23. Как определяется степень локализации электрона по спектроскопическим данным для СВ-систем разного класса?
24. Что означает наличие дробного состояния окисления?
25. Объясните роль собственного времени метода исследования при наблюдении эффекта смешанной валентности.
26. Как соотносятся характерные времена перескока электрона из одной потенциальной ямы в другую в СВ-комплексе и характеристичное время метода наблюдения?
27. В цепочках димеров, существующих в конденсированном состоянии, может возникнуть спонтанная поляризация электронов. В чем она может проявляться?
28. В случае кристаллов с неоднородной СВ при определенных условиях происходит разделение валентностей. Каковы эти условия?
29. Опишите типы зарядового упорядочения в системах с вырожденными и невырожденными электронными состояниями.
30. Как связать процессы электронного упорядочения с фазовым диспропорционированием? Качественно объясните энергетику этих процессов.
31. Перечислите группы методов, которые могут использоваться при изучении координационных соединений, и укажите основной принцип, который позволяет группировать разные методы.
32. Укажите интервал энергий, характерный для разных физико-химических методов.
33. Перечислите основные экспериментальные проблемы, с которыми приходится сталкиваться исследователю при использовании разных физических методов.
34. Перечислите основные проблемы, возникающие при идентификации вещества.
35. Что такое химическая индивидуальность соединения? Как проводить ее установление для комплексных соединений, существующих в твердой фазе и в растворе?
36. Перечислите шаги, которые предпринимаются для качественного исследования комплексообразования в растворяющей системе.
37. Перечислите прямые и косвенные методы определения степеней окисления центрального атома. При каких условиях химические методы (химико-аналитические и электрохимические) можно рассматривать как прямые?
38. Что необходимо знать предварительно при использовании физических методов для идентификации степеней окисления?
39. Чем могут быть обусловлены отклонения величин магнитных моментов от расчетных?
40. Что влияет на вид спектра ЭПР?
41. Опишите специфику ионов редкоземельных элементов, сказывающуюся на спектрах поглощения?

42. Насколько глубоко проникает излучение в образец при изучении его методом фотоэлектронной спектроскопии?

Требования к представлению и оцениванию материалов (результатов):

Собеседование оценивается по 5-ти балльной шкале. Оценка (весовой коэффициент) за каждый коллоквиум вносит 15% в итоговый балл рейтинга при получении балла 5.

- 5 баллов выставляется, если студент в полной мере владеет теоретическими основами дисциплины и научной терминологией, грамотно излагает материал и способен иллюстрировать ответ примерами, фактами, данными научных исследований, применять теоретические знания для решения практических задач.

- 4 балла выставляется, если студент владеет теоретическими основами дисциплины и научной терминологией, грамотно излагает материал и способен иллюстрировать ответ примерами, фактами, данными научных исследований, применять теоретические знания для решения практических задач, но допускает отдельные несущественные ошибки.

- 3 балла выставляется, если студент владеет частично теоретическими основами дисциплины и научной терминологией, фрагментарно способен иллюстрировать ответ примерами, допускает несколько существенных ошибок в ответе.

- 2 балла выставляются, если обучающийся не владеет теоретическими основами дисциплины и научной терминологией, демонстрирует отрывочные знания, не способен иллюстрировать ответ примерами, допускает множественные существенные ошибки в ответе.

2. Выполнение лабораторных работ

Лабораторная работа 1. Литературный поиск

Цель: Провести литературный поиск по заданной тематике исследования, собрать данные для предстоящей лабораторной работы.

Краткое описание: Работа с базами данных (ресурсы научной библиотеки ДВФУ) – издательство «Лань», «Университетская библиотека онлайн», Web of Science, Scopus, журналы Российских и зарубежных издательств.

Лабораторная работа 2. Синтез, очистка и исследование лиганда

Цель: Ознакомится с одним из методов синтеза β -дикетонов и β кетоиминнов.

Краткое описание работы: Изучаются препаративные методы синтеза одного из дикетонов или кетоиминнов (по заданию преподавателя). Выбирается методика. Обсуждаются особенности синтеза и ожидаемые физико-химические характеристики. Проводится синтез. Проводится исследование лиганда методами хроматографии ИК, ЯМР, УФ-спектроскопии.

Примеры:

Синтез 3 хлор 2,4 пентандиона

1. В трехгорлую колбу на литр, снабженную мешалкой, трубкой для ввода газа и обратным холодильником, помещают 200 г (2 моль) ацетилацетона и 400 мл дистиллированной воды. Через трубку, опущенную до дна, пропускают интенсивный ток хлора до тех пор, пока органический слой не станет тяжелее водного. В ходе реакции водный и органический слой поменяются местами. О конце хлорирования судят по привесу. (Колбу с содержимым взвешивают до и после). Органический слой отделяют на делительной воронке и сушат над безводным хлористым кальцием сутки, затем фильтруют через бумажный фильтр. Фильтрат разгоняют над вакуумом. (Лит. данные: $T_{кип.} = 37-38/6$ мм; $n_{D20} = 1,4850$).

2. К 75 мл (0.75 моль) ацетилацетона в трехгорлой колбе на 250 мл при наружном охлаждении (лед+соль) при перемешивании по каплям (~1.5 часа) прибавляют 60 мл (эквивалент) хлористого сульфурила, поддерживая температуру в реакционной смеси в пределах $3+2$ С. Полноту прохождения реакции контролируют методом ТСХ (силуфол,

элюент-бензол), пластину проявляют в слабом растворе хлорного железа, при необходимости прибавляют SO_2Cl_2 до исчезновения пятна исходного ацетилацетона. Для разрушения непрореагировавшего хлористого сульфурила при внешнем охлаждении (температура в колбе не выше 0°C) прибавляют 100 мл воды (особенно осторожно и медленно первые 30 мл). После того, как смесь нагрелась до комнатной температуры, хлорацетилацетон отделяют на делительной воронке, дважды промывают водой, сушат сульфатом натрия. При фильтрации продукта осушитель промывают эфиром, растворитель и продукт перегоняют при температуре, равной $150-155^\circ\text{C}$.

Следует помнить, что галогенацетилацетоны являются лакриматорами!

Синтез бензоилацетона

В круглодонную колбу емкостью 250 мл соединяют с обратным холодильником и верхний конец холодильника закрывают хлоркальциевой трубкой. В колбу приливают раствор 0,08 моль (10 г) ацетофенона и 0,2 моль этилацетата в 60 мл абсолютного эфира и прибавляют нарезанный тонкими ломтиками натрий. Через короткое время начинается реакция и эфир закипает. После того как эфир перестает кипеть, колбу нагревают еще в течение 45 минут на водяной бане. Реакционной смеси дают охладиться, выделившийся натрий-бензоилацетон отсасывают на воронке Бюхнера, промывают сухим эфиром, отжимают между листами фильтровальной бумаги. Продукт растворяют в 100 мл воды, фильтруют и из фильтрата осаждают бензоилацетон, подкисляя раствор уксусной кислотой (при охлаждении льдом). Выделившиеся кристаллы отсасывают, промывают водой и высушивают в эксикаторе. Выход около 8 г (60%). Температура плавления $60-61^\circ\text{C}$.

Синтез замещенных ароилацетонов

К раствору 10 мл этилацетата и (10 ммоль) кетона при $0-5^\circ\text{C}$ добавляли (25 ммоль, 1,37 г) амида натрия и энергично перемешивали. Через 3 часа полученный осадок отфильтровывали и промывали диэтиловым эфиром. Затем белый порошок растворяли в 100 мл воды и к этому раствору добавляли 50% HCl до pH 5. Осажденное 1,3-дикарбонильное соединение отфильтровывали и затем сушили. Его перекристаллизовывали из н-гексана.

Синтез несимметричных дибензоилметанов

Гидрид натрия (60% в минеральном масле, 2,5 эквивалента) и сухой тетрагидрофуран (ТГФ) (3,5 мл/ммоль ацетофенона) были добавлены в высушенную в сушильном шкафу колбу. Смесь охлаждали до 0°C , после добавляли по каплям ацетофенон (1,0 экв) и этилбензоат (1,1 экв). Суспензию нагревали с обратным холодильником в атмосфере азота в течение 16 часов. Реакционной смеси давали охладиться до комнатной температуры и фильтровали, промывали этанолом (EtOH). Фильтрат обрабатывали смесью эфира и водной HCl (2M). Органическую фазу отделяют и промывают три раза солевым раствором, сушили над MgSO_4 и концентрировали при пониженном давлении. Неочищенный продукт очищали колоночной хроматографией на силикагеле (5% этилацетата в гексане) с получением целевых продуктов.

Лабораторная работа 3. Реакции хелатирования (28 часов)

Цель: Ознакомится с реакцией хелатирования β -дикетонных и β кетоиминных.

Краткое описание работы: Полученный ранее лиганд, вводят в реакцию хелатирования. Выбирается комплексообразователь и обсуждается подходящая методика. Готовятся растворители. Проводится синтез и выделение координационного соединения.

Примеры:

Синтез трис(2,4 пентандионата) кобальта(III)

1. Получение комплексного карбоната кобальта(III), $\text{Na}_3\text{Co}(\text{CO}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. К взвеси 126 г (1,5 моль) гидрокарбоната натрия в 150 мл воды в 1 литровом стакане при интенсивном перемешивании по каплям прибавляют раствор 87,3 г $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,3 моль) и 40 мл (избыток) 30% H_2O_2 в 150 мл воды. Перемешивание продолжают еще

0.5 часа при охлаждении ледяной водой. Осадок отфильтровывают, промывают ледяной водой, спиртом, эфиром и высушивают в вакуумном шкафу.

Получение ацетилацетоната кобальта(III). Смесь стехиометрических количеств карбоната кобальта(III) и ацетилацетона перемешивают в ацетоне, прибавляя ледяную уксусную кислоту, кипятят в течение 30 минут, охлаждают. Продукт отфильтровывают, промывают небольшим количеством растворителя, сушат.

2. К взвеси комплексного карбоната, полученному аналогично в двухлитровой колбе, при интенсивном перемешивании по каплям прибавляют раствор 90 мл (0.9 моль) Насас в 90 мл (1.5 моль) уксусной кислоты (ледяной), а затем еще 30 мл СН₃СООН (в ходе прибавления происходит сильное вспенивание). Реакционную смесь кипятят в течение 30 минут, охлаждают. Выход хелата после фильтрации, промывания небольшим количеством холодной воды и сушки - 88 г (82%).

Хелат перекристаллизовывают из смеси метилэтилкетон-вода (10:1). На 10 г ацетилацетоната кобальта(III) берут 150 мл МЭК и 15 мл воды.

Синтез дибензоилметаната меди (II)

Метод 1. К горячему раствору 1,25 г (0,005 моль) пентагидрата меди в 5 мл воды добавили горячий раствор 2,24 г (0,01 моль) дибензоилментана в 20 мл этилового спирта, затем по каплям добавили горячий раствор 1,36 г (0,01 моль) тригидрата ацетата натрия в 5 мл воды. Полученную смесь перемешивали в течение 30 минут. Выпавший осадок оливкового цвета отфильтровали, промыли сначала горячей водой, затем спиртом. Тпл=308–309 °С.

Метод 2. Дигидрат хлорида меди (CuCl₂·2H₂O) (1 ммоль) растворяют в 10 мл метанола и добавляли к 10 мл метанольного раствора, содержащего 2 ммоль дибензоилметана. Раствор смеси доводили до pH 5-6 метанольным раствором метоксида натрия и перемешивают в течение 4 ч при комнатной температуре. Образовавшийся желто-зеленый осадок отфильтровывали и промывали метанолом (выход: 42%). Продукт перекристаллизовывали из дихлорметана при комнатной температуре, получая пластинчатые монокристаллы, пригодные для рентгеноструктурного анализа.

Синтез бензоилацетоната дифторида бора

В коническую колбу помещали 0,05 моль бензоилацетона в толуоле при перемешивании и нагревании, добавили 0,05 моль эфира трифторида бора и борнобутилового эфира, раствор кипятили в течение 30 минут, раствор охладили, выпавший осадок отфильтровывали, промыли толуолом, сушили на воздухе. Бензоилацетонат дифторида бора перекристаллизовывали из смеси изопропанол - ацетонитрил. Получено 9 г бензоилацетоната дифторида бора, что составляет 85,7% от теоретического. Температура плавления 155-156 С.

Лабораторная работа 4. Очистка и исследование физико-химических свойств комплексного соединения

Цель: Изучить основные особенности ИК, ЯМР и УФ-спектров дикетонатных комплексов и кетоиминатных комплексов. Выявить характеристические полосы в спектре синтезированного вещества.

Краткое описание работы: Полученный комплекс исследуют хроматографически, очищают перекристаллизацией или методами препаративной хроматографии. Готовятся растворители. Проводится исследование физико-химических свойств синтезированного соединения. Записываются ИК, УФ и ЯМР спектры, проводится их анализ. Делается предположение о строении синтезированного соединения.

Лабораторная работа 5. Знакомство с Кембриджской базой рентгеноструктурных данных

Цель: Познакомится с базой данных CCDC и ее возможностями.

Краткое описание работы: Проводится работа с Кембриджской базой рентгеноструктурных данных. Проводится работа с программой «Mercury».

Лабораторная работа 6. Сообщение о полученных результатах.

Цель: Систематизировать, оформить и представить полученные результаты.

Краткое описание работы: Результаты проделанной работы представляются в виде доклада с презентацией (в течение 10-15 минут). Коллективное обсуждение результатов.

Требования к представлению и оцениванию материалов (результатов):

Оценивается представление результатов в форме отчета по лабораторной работе, в том числе ведение лабораторного журнала. В отчете по лабораторной работе должны быть описан ход работы, приведены необходимые расчеты и схемы установок, подробно описаны наблюдения; при необходимости приведены уравнения реакций, графики и таблицы.

3. Доклад о проделанной работе

Результаты проделанной работы представляются в виде доклада с презентацией (в течение 10-15 минут).

Требования к представлению и оцениванию материалов (результатов): В докладе должны быть отражены актуальность, цели и задачи работы, описано проведение синтеза заданного координационного соединения, обсуждены физические-химические способы исследования полученного комплекса. После доклада автор отвечает на вопросы.

Доклад оценивается по 5-ти балльной шкале.

- 5 баллов выставляется, если студент в полной мере владеет теоретическими основами дисциплины и научной терминологией, грамотно излагает материал и способен иллюстрировать ответ примерами, фактами, данными научных исследований, применять теоретические знания для решения практических задач.

- 4 балла выставляется, если студент владеет теоретическими основами дисциплины и научной терминологией, грамотно излагает материал и способен иллюстрировать ответ примерами, фактами, данными научных исследований, применять теоретические знания для решения практических задач, но допускает отдельные несущественные ошибки.

- 3 балла выставляется, если студент владеет частично теоретическими основами дисциплины и научной терминологией, фрагментарно способен иллюстрировать ответ примерами, допускает несколько существенных ошибок в ответе.

- 2 балла выставляются, если обучающийся не владеет теоретическими основами дисциплины и научной терминологией, демонстрирует отрывочные знания, не способен иллюстрировать ответ примерами, допускает множественные существенные ошибки в ответе.

III. Промежуточная аттестация по дисциплине «Наименование дисциплины»

Промежуточная аттестация студентов по дисциплине «Наименование дисциплины» проводится в соответствии с локальными нормативными актами ДВФУ и является обязательной.

Оценочные средства для промежуточного контроля (экзамен)

Вопросы для собеседования

1. Сформулируйте проблему дизайна координационных соединений. Чем отличаются структурно-ориентированные и функционально-ориентированные исследования в области дизайна?
2. Сформулируйте задачи химика-синтетика и выделите из них главные.
3. Опишите принципы известных методов молекулярного моделирования.
4. Опишите недостатки и достоинства использования неэмпирических квантово-механических методов для расчета поверхностей потенциальной энергии многоатомных систем.
5. Опишите применение модели Гиллеспи в методе ММ для описания строения комплексных соединений. Укажите параметры модели ММ в этом случае.
6. Опишите принципы молекулярного дизайна координационных соединений с органическими лигандами, в том числе отличия дизайна в моноядерных и полиядерных системах. Приведите примеры применяемых для этого органических лигандов.
7. В чем заключается принцип структурного соответствия? Приведите примеры. Покажите возможность использования хелатного и макроциклического эффектов для предсказания строения первой координационной сферы центрального атома.
8. Строение комплексов с полидентатными лигандами должно определяться стремлением всех хелатных циклов принять оптимальную конформацию. Насколько этот оптимум может быть обусловлен электростатическим расталкиванием циклов?
9. Опишите принципы молекулярного дизайна с применением «молекулярных библиотек»?
10. На чем основана возможность использования «молекулярных библиотек»?
11. Предложите пути синтеза треугольных, тетрагональных и тетраэдрических комплексов.
12. Предложите пути синтеза призматических и кубических комплексов.
13. Сформулируйте различие между координационными и супрамолекулярными соединениями. Можно ли говорить о координационной химии анионов? Если можно, то в каком смысле?
14. Насколько вернеровский принцип координации устарел? Может быть, действительно следует начать разрабатывать обобщенную координационную химию, распространяющуюся на все виды субстратов: катионы, анионы и нейтральные молекулы? Сделайте собственное заключение.
15. Чем различаются термины «самосборка» и «самоорганизация»?
16. Проиллюстрируйте применение приема самосборки на примерах дендримеров и гигантских палладиевых кластеров.
17. Опишите современное состояние проблемы синтеза перовскитоподобных систем для стабилизации в них необычно высоких валентных форм d-переходных элементов и проблему дизайна применительно к ним. Спрогнозируйте возможность реализации иона Fe(VII) в подобных кристаллах.
18. Поясните сущность эффекта смешанной валентности. Приведите примеры.
19. На примере берлинской лазури объясните возможные следствия наличия в таком соединении смешанной валентности (например, с точки зрения мессбауэровской спектроскопии).

20. Приведите примеры координационных соединений, в которых проявляется эффект смешанной валентности. Как можно различить системы разного класса по спектроскопическим данным?
21. Опишите модель двух состояний и спектроскопические критерии, используемые при различении соответствующих классов, а также условия их существования.
22. Опишите сущность моделей трех и четырех состояний, а также их отличие от модели двух состояний. Насколько значимы следствия сложных моделей по сравнению с моделью двух состояний?
23. Как определяется степень локализации электрона по спектроскопическим данным для СВ-систем разного класса?
24. Что означает наличие дробного состояния окисления?
25. Объясните роль собственного времени метода исследования при наблюдении эффекта смешанной валентности.
26. Как соотносятся характерные времена перескока электрона из одной потенциальной ямы в другую в СВ-комплексе и характеристичное время метода наблюдения?
27. В цепочках димеров, существующих в конденсированном состоянии, может возникнуть спонтанная поляризация электронов. В чем она может проявляться?
28. В случае кристаллов с неоднородной СВ при определенных условиях происходит разделение валентностей. Каковы эти условия?
29. Опишите типы зарядового упорядочения в системах с вырожденными и невырожденными электронными состояниями.
30. Как связать процессы электронного упорядочения с фазовым диспропорционированием? Качественно объясните энергетику этих процессов.
31. Перечислите группы методов, которые могут использоваться при изучении координационных соединений, и укажите основной принцип, который позволяет группировать разные методы.
32. Укажите интервал энергий, характерный для разных физико-химических методов.
33. Перечислите основные экспериментальные проблемы, с которыми приходится сталкиваться исследователю при использовании разных физических методов.
34. Перечислите основные проблемы, возникающие при идентификации вещества.
35. Что такое химическая индивидуальность соединения? Как проводить ее установление для комплексных соединений, существующих в твердой фазе и в растворе?
36. Перечислите шаги, которые предпринимаются для качественного исследования комплексообразования в растворяющей системе.
37. Перечислите прямые и косвенные методы определения степеней окисления центрального атома. При каких условиях химические методы (химико-аналитические и электрохимические) можно рассматривать как прямые?
38. Что необходимо знать предварительно при использовании физических методов для идентификации степеней окисления?
39. Чем могут быть обусловлены отклонения величин магнитных моментов от расчетных?
40. Что влияет на вид спектра ЭПР?
41. Опишите специфику ионов редкоземельных элементов, сказывающуюся на спектрах поглощения?
42. Насколько глубоко проникает излучение в образец при изучении его методом фотоэлектронной спектроскопии?

