

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Дальневосточный федеральный университет» (ДВФУ)

ИНСТИТУТ НАУКОЁМКИХ ТЕХНОЛОГИЙ И ПЕРЕДОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

по дисциплине «Современные спектроскопические методы анализа» Направление подготовки 04.04.01 Химия

магистерская программа «Аналитическая химия и химическая экспертиза (совместно с ДВГИ ДВО РАН и ТИБОХ ДВО РАН»

Форма подготовки очная

I. Перечень форм оценивания, применяемых на различных этапах формирования компетенций в ходе освоения дисциплины «Современные спектроскопические методы анализа»

	Контролируемые Код индикатора дости		=	Оцен	очные средства
	модули/ разделы / темы дисциплины	компе	тенции	текущий контроль	промежуточная аттестация
1	ИК-спектроскопия	ПК-1.1. Составляет общий план исследования и детальные планы отдельных стадий	Знает: основные приемы обработки экспериментальных данных; законы спектроскопии при анализе и решении поставленной задачи	ПР-12 контрольная работа	Вопросы к зачету №7 — 9.
			Умеет:применять полученные экспериментальные данные для идентификации органических веществ	ПР-12 контрольная работа	Вопросы к зачету №7 – 9.

			Владеет: методами ИК-, ЯМР- спектроскопии (планирование, постановка и обработка эксперимента).	ПР-12 контрольная работа	Вопросы к зачету №7 — 9.
2	РФА	ПК-1.2. Выбирает экспериментальны е и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов	Знает: основные базы данных ИК-, ЯМР-спектров; основные источники информации по спектроскопии; основные блоки ИК-, ЯМР-спектрометра; основные приемы работы на ИК-, ЯМР-спектрометре Умеет: работать с научно-	ПР-12 контрольная работа ПР-12 контрольная	Вопросы к зачету №2 – 4. Вопросы к зачету №2 – 4.
			технической информацией, использовать	работа	

			российский и международный опыт в профессиональной деятельности; работать на ИК-, ЯМР-спектрометре Владеет: навыками поиска научнотехнической информацией; навыками выполнения эксперимента с использованием спектроскопическог о оборудования.	ПР-12 контрольная работа	Вопросы к зачету №2 – 4.
3	ЯМР-спектроскопия	ПК-7.3. Предлагает	Знает методологию проведения анализа соединений различных классов	ПР-12 контрольная работа	Вопросы к зачету №10 - 15.
	элчи спектроскопия	технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для	Умеет определять цель и задачи исследования, планировать и интерпретировать результаты	ПР-12 контрольная работа	Вопросы к зачету №10 - 15.

решения	химического		
поставленных	анализа		
задач в рамках прикладных НИР и НИОКР	Владеет навыками критического анализа информации по тематике проводимых исследований и представления результатов собственных исследований	ПР-12 контрольная работа	Вопросы к зачету №10 – 15.

I. Текущая аттестация по дисциплине «Современные спектроскопические методы анализа»

Текущая аттестация магистрантов по дисциплине «Современные спектроскопические методы анализа» проводится в соответствии с локальными нормативными актами ДВФУ и является обязательной.

Текущая аттестация по дисциплине «Современные спектроскопические методы анализа» проводится в форме контрольных мероприятий (выполнение контрольных работ) по оцениванию фактических результатов обучения студентов и осуществляется ведущим преподавателем.

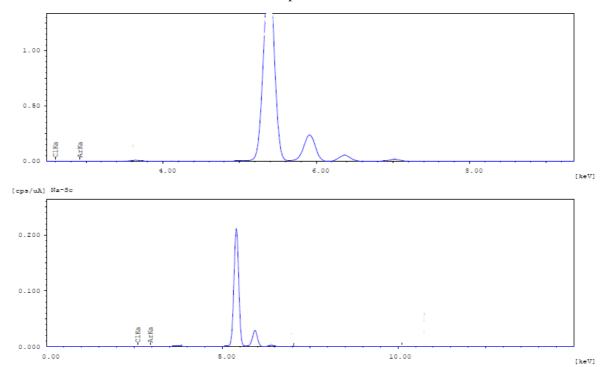
По каждому объекту дается характеристика процедур оценивания в привязке к используемым оценочным средствам.

Оценочные средства для текущего контроля

1. Комплект типовых заданий для контрольной работы

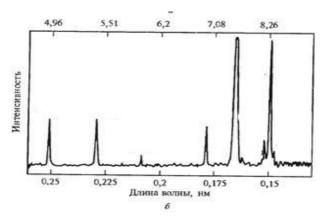
Рентгенофлуоресцентный анализ

Задача №1. Установите состав сплава по спектрам РФА.



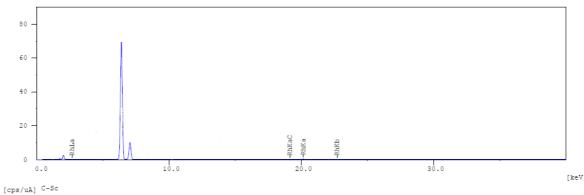
Channel	Line	keV	Net Int. (cps/uA)	
Ti-U		2.60	0.0057		
		2.92	0.0066		
		3.64	0.0745		
		5.38	13.9722	QF	
		5.92	2.0917		
		6.36	0.4753	QF	
		7.02	0.0788		
			0.0809		
Na-Sc			0.0024		
		2.96	0.0032	QF	
		3.68	0.0199		
		3.84	0.0100		
		5.40	3.2282		
		5.93	0.4501		
		6.40	0.0397		
		7.03	0.0112		
		10.10	0.0029		
		10.81	0.0065		

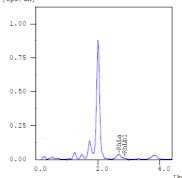
Задача №2. Установите состав сплава по спектру РФА.



	T 0/
λ, нм	I, %
0,250	25
0,239	25
0,208	2
0,170	21
0,166	100
0,162	8
0,150	60

Задача №3. Установите состав сплава по спектрам РФА.

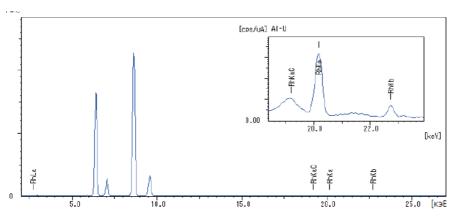




Do	 1-	т	÷	-

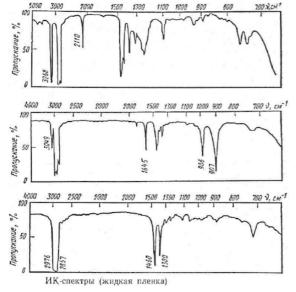
Channel		Net Int.(cps	
Ti-U	 1.24 1.48 1.72 2.00 2.66 3.80 4.66 5.90 7.04 8.36 10.14 12.80 13.42 13.80 19.14 20.16 22.70	0.7318 0.6292 2.4607 16.9525 0.8145 0.3184 2.0615 1.5449 591.3432 0.2317 91.2373 0.2317 91.2373 0.2432 1.7276 0.6454 0.3716 0.5937 4.4664 0.7599	QF.
C-Sc	0.28 0.52 0.70 1.26 1.48 1.72 2.00 2.68 2.86	0.1345 0.1301 0.0575 0.4558	QF QF

Задача №4. Установите состав сплава по спектру РФА.

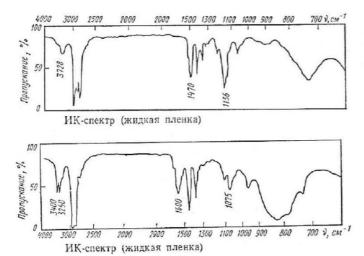


ИК-спектроскопия

Задача №1

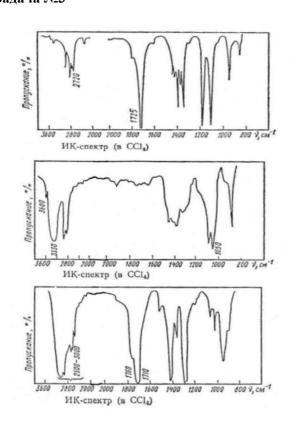


Приведены ИК-спектры 1-гексина, 1-гексена и *н*-гексана. Установите какому соединению отвечает каждый спектр.



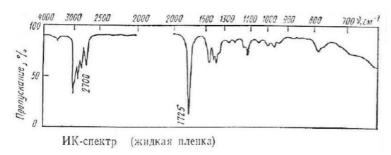
Какой из приведенных ИК-спектров соответствует диэтиламину, а какой — *н*-бутиламину.

Задача №3

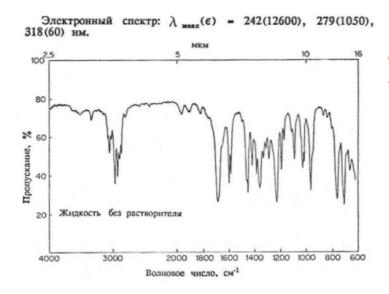


На рисунках приведены ИКспектры этилового спирта, уксусного альдегида и уксусной кислоты. Определите, какой спектр соответствует каждому соединению.

Задача №4



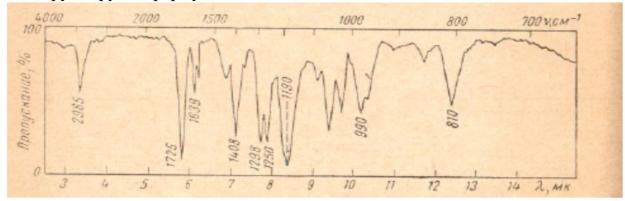
Какому из трех соединений: масляному альдегиду, 2-бутанону, кротоновому принадлежит приведенный ИК-спектр?



Установите строение соединения $C_9H_{10}O$, являющегося монозамещенным ароматическим соединением по его УФ-и ИК-спектрам.

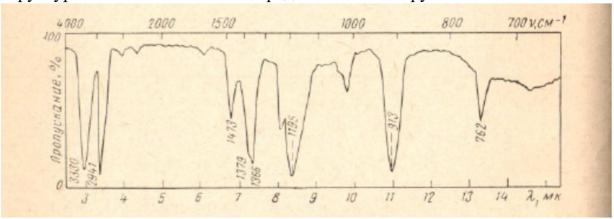
Задача №6

Выскажите предположение о структуре соединения по приведенному ИКспектру и брутто-формуле $C_5H_8O_2$.



Задача №7

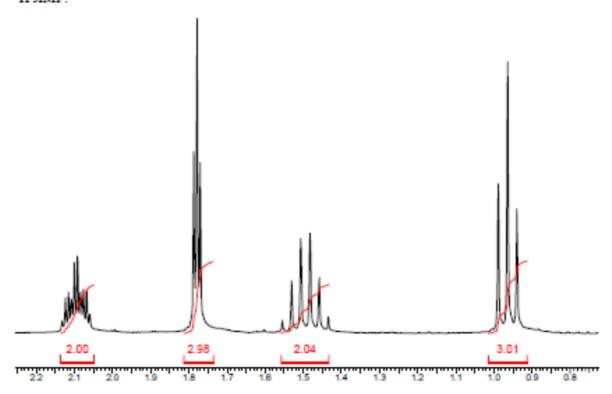
По ИК-спектру и брутто-формуле $C_4H_{10}O$ выскажите предположение о структуре соединения? ИК-спектр представлен ниже (в пластинке KBr). Какие структурные элементы можно определить по спектру?

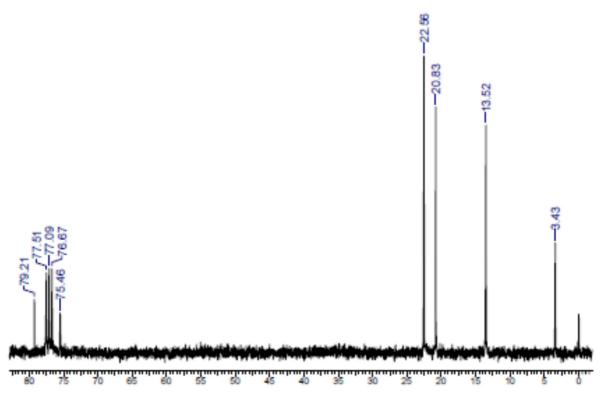


ЯМР-спектроскопия

Задача №1

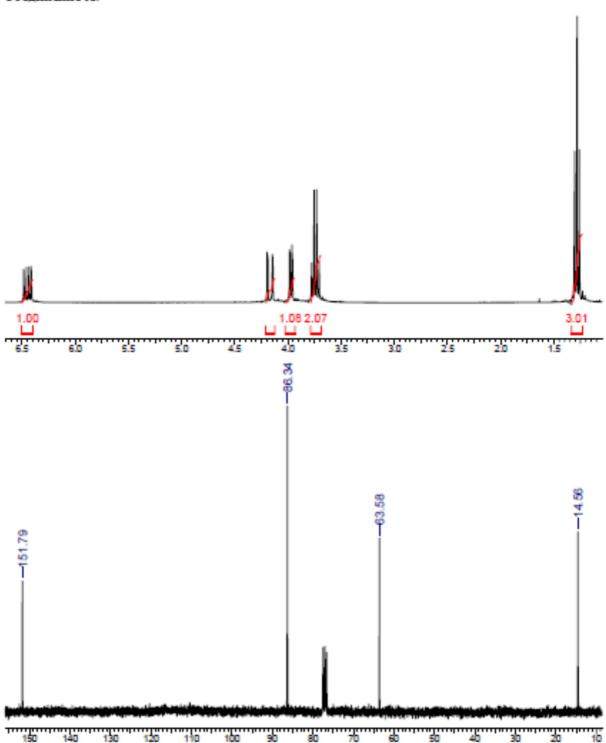
Соединение C₈H₁₀ имеет спектры, приведенные ниже. Определите структуру этого соединения, проведите отнесение сигналов в спектрах и объясните форму сигналов в спектре ¹H ЯМР.

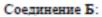


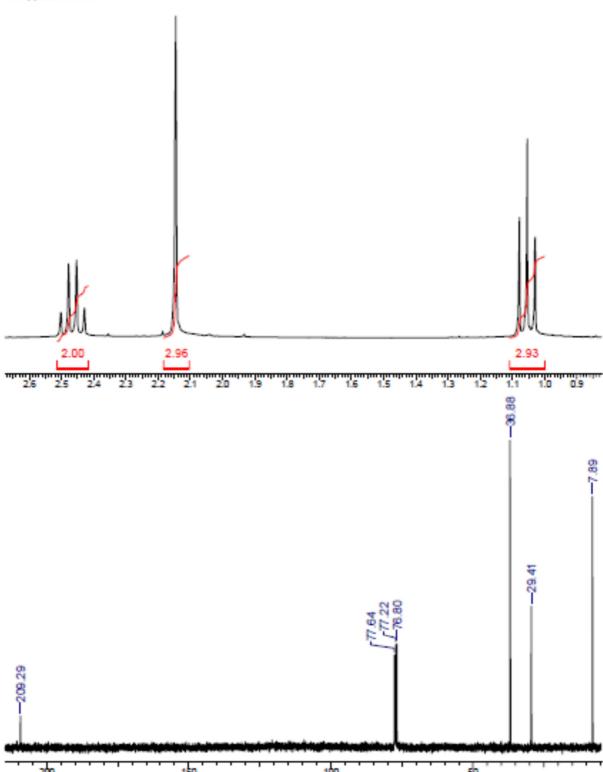


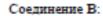
Ниже приведены спектры трех изомерных соединений A, B и B, имеющих молекулярную формулу C_4H_8O . Вам предлагается определить их строение.

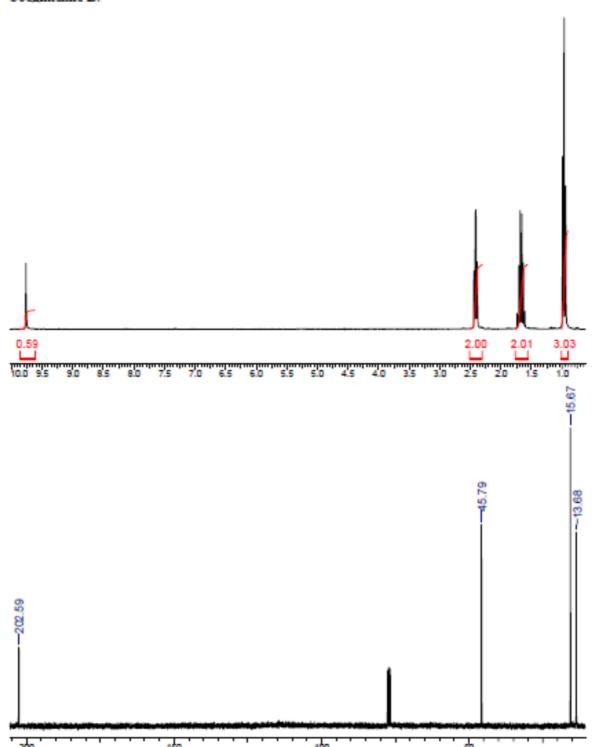
Соединение А:





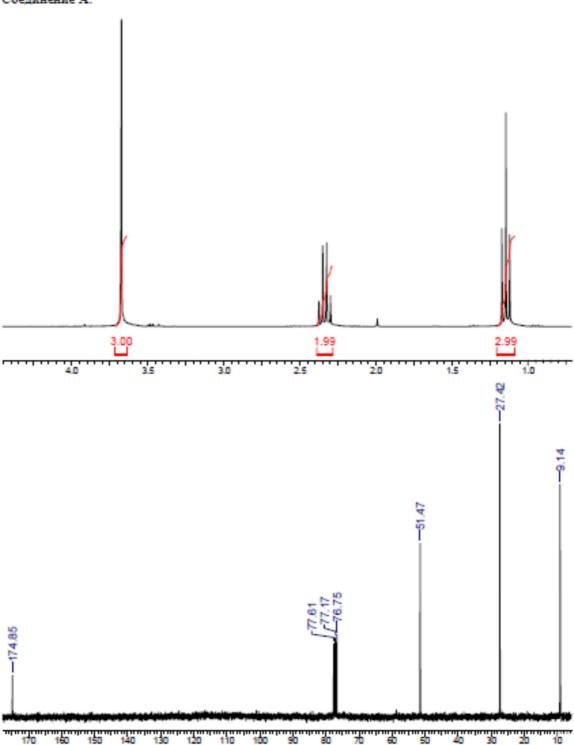


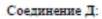


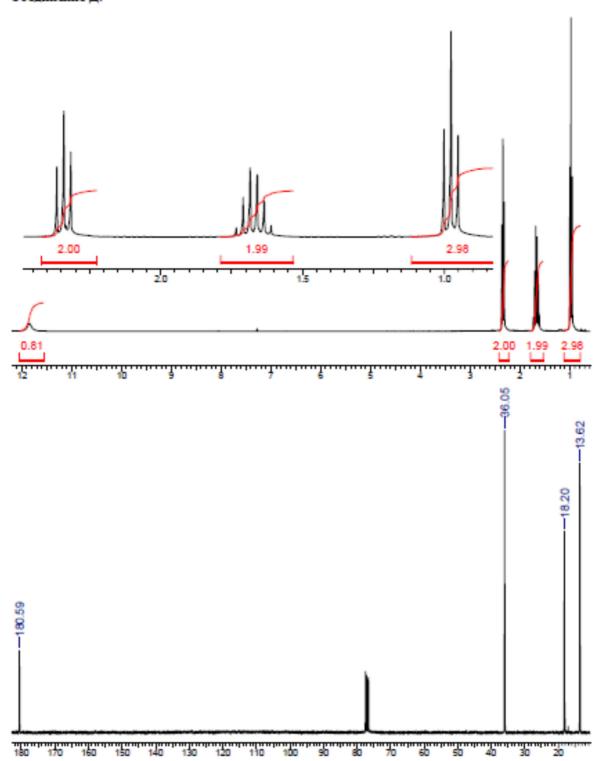


Установите структурные формулы и проведите сравнительный анализ спектров соединений C₄H₈O₂.

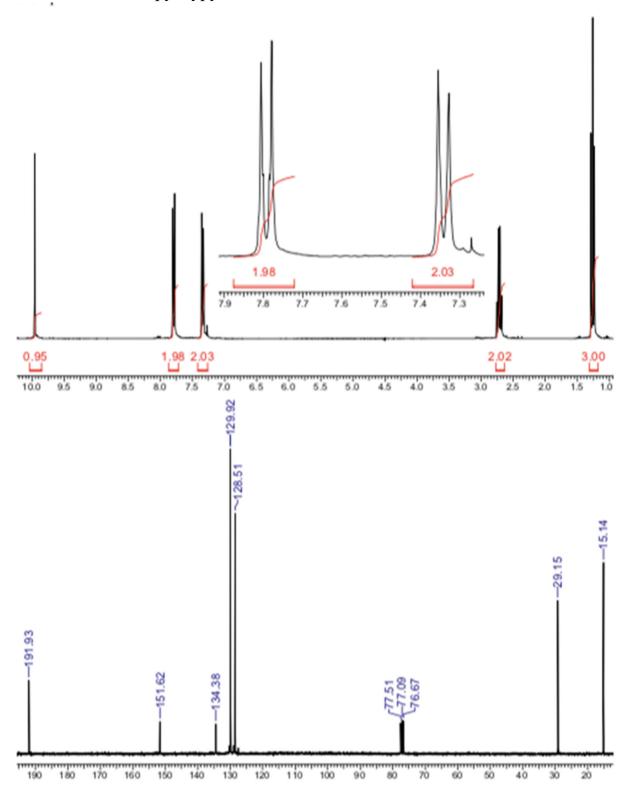
Соединение А:







Задача №4
 Соединение имеет молекулярную формулу С₉H₁₀O и следующие спектры.
 Установите его структуру.



Синтезированное органическое соединение может иметь одну из четырех структурных формул **1.60а-d**, которые приведены ниже.

Какому из четырех соединений принадлежат следующие ЯМР-спектры?

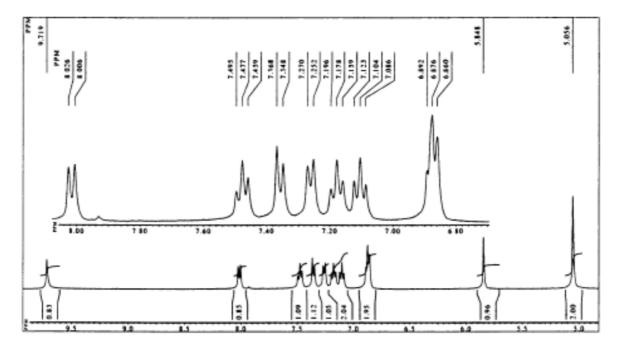


Рис. 1.149. Спектр на ядрах ¹H соединения 1.60.

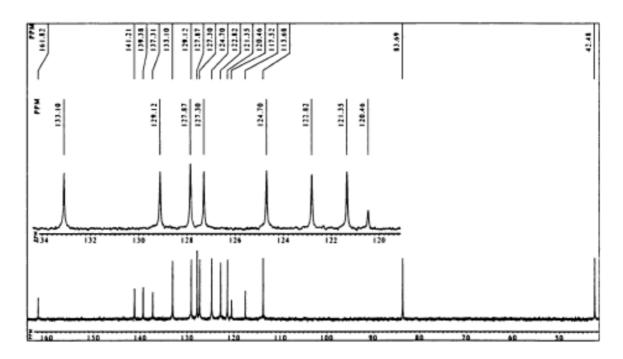


Рис. 1.150. Спектр на ядрах ¹³С соединения **1.60**.

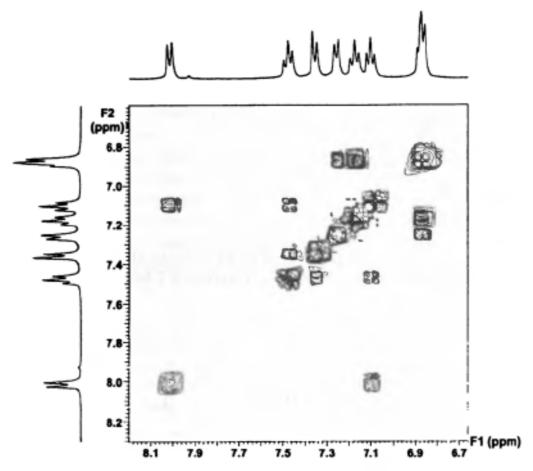


Рис. 1.151. Спектр COSY соединения 1.60.

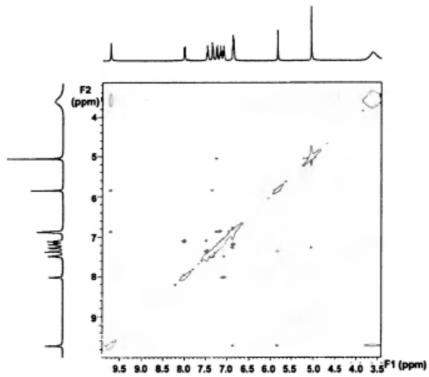


Рис. 1.152. Обзорный спектр NOESY соединения 1.60.

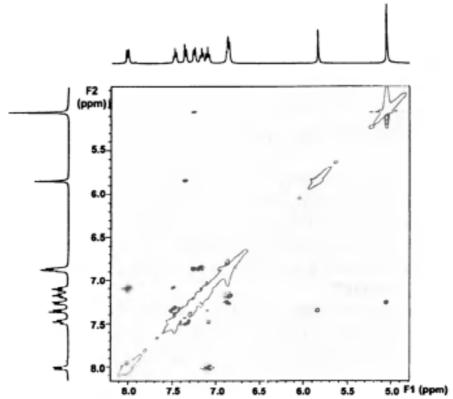


Рис. 1.153. Фрагмент спектра NOESY соединения 1.60.

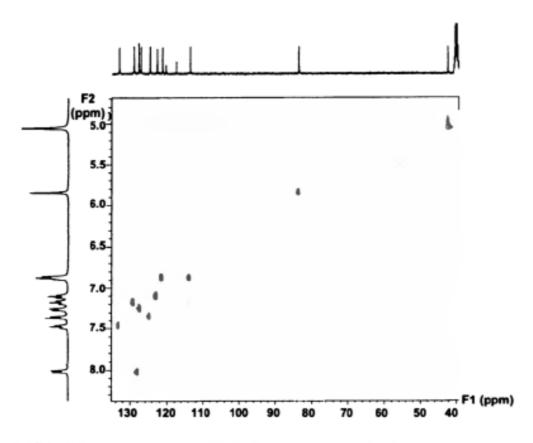


Рис. 1.154. Обзорный спектр HMQC соединения 1.60.

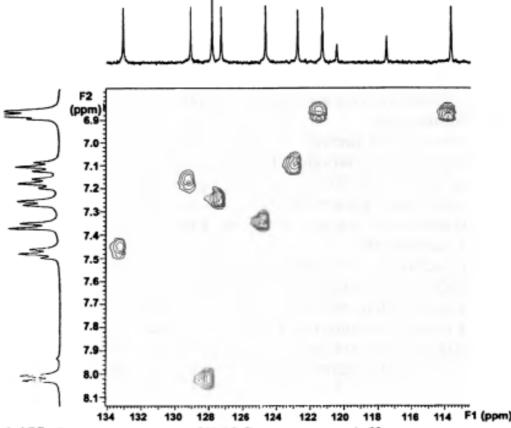


Рис. 1.155. Фрагмент спектра HMQC соединения 1.60.

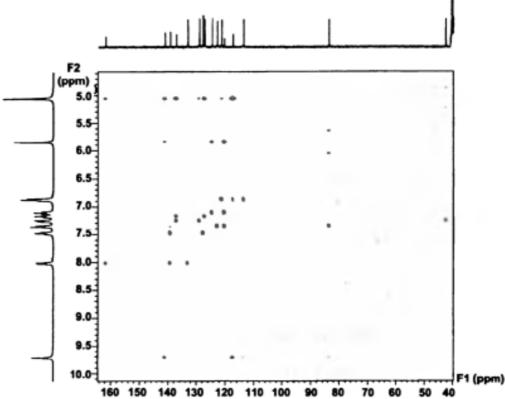


Рис. 1.156. Обзорный спектр НМВС соединения 1.60.

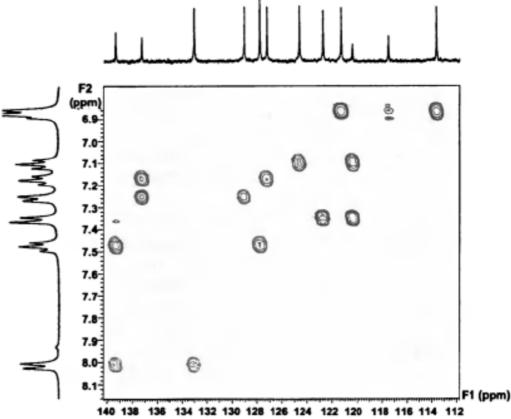


Рис. 1.157. Фрагмент спектра НМВС соединения 1.60.

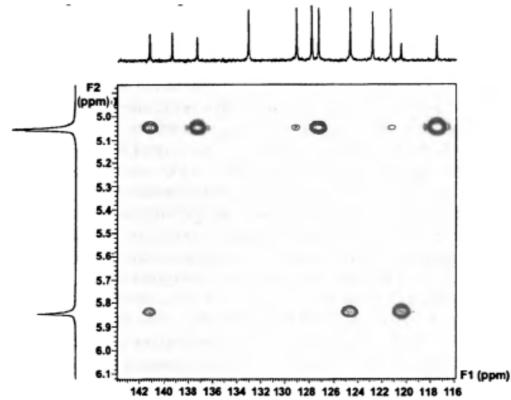
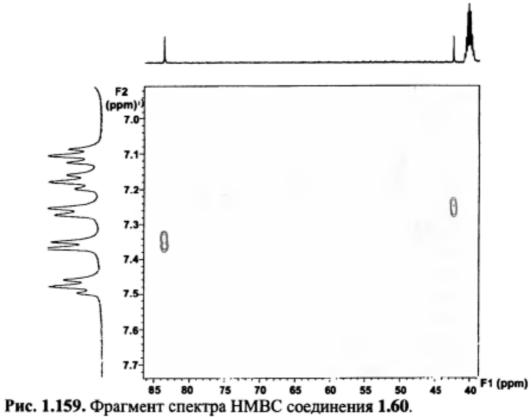


Рис. 1.158. Фрагмент спектра НМВС соединения 1.60.



Критерии к оцениванию результатов контрольной работы:

Контрольная работа оценивается по 5-ти балльной шкале. Весовой коэффициент составляет 10% в общем балле рейтинга.

Отметка "5"

- 1. В решении и объяснении нет ошибок.
- 2. Ход решения рациональный.
- 3. Если необходимо, решение произведено несколькими способами.

Отметка "4"

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

Отметка "3"

- 1. Допущено существенная ошибка в решении одной задачи и незначительная в решении двух других.
- 2. Решение выполнено с ошибками в математических расчетах.

Отметка "2"

- 1. Отсутствует правильное решение 4-х задач из пяти.
- 2. Допущены существенные ошибки.

II. Промежуточная аттестация по дисциплине «Современные спектроскопические методы анализа»

Промежуточная аттестация магистрантов по дисциплине «Современные спектроскопические методы анализа» проводится в соответствии с локальными нормативными актами ДВФУ и является обязательной. Зачет по дисциплине выставляется по результатам рейтинга и отражена в шкале оценки результатов обучения.

Для магистрантов, по уважительной причине не сдавшим зачет, возможна сдача зачета комиссии. Выполнение контрольных работ является обязательным условием для допуска к зачету.

Вопросы к зачету

- 1. Основные принципы и понятия спектральных методов анализа. Взаимодействие электромагнитного излучения с веществом. Классификация спектральных методов анализа. Спектры атомов и молекул. Закон Бугера-Ламберта-Бера.
- 2. Рентгеновские методы анализа, их общая характеристика и назначение. Физические основы рентгеновского метода анализа. Закон Мозли. Аппаратурное оформление рентгеновского анализа.
- 3. Отражение рентгеновских лучей от атомных плоскостей кристалла, уравнение Вульфа-Брегга. Характеристики рентгеновского излучения, схема рентгеновской трубки. Рентгеновские спектры. Подготовка образцов.
- 4. Качественный и количественный рентгеновский анализ.
- 5. Атомно-абсорбционная спектроскопия. Получение и регистрация оптических спектров атомной абсорбции. Подготовка проб, проведение анализа.
- 6. Атомно-эмиссионная спектроскопия. Получение и регистрация оптических спектров атомной эмиссии. Подготовка проб, проведение анализа.
- 7. Физические основы инфракрасной спектроскопии. Колебательные спектры молекул (деформационные, валентные).

- 8. Инфракрасные спектры веществ, их интерпретация. Подготовка проб и проведение анализа. Использование инфракрасной спектроскопии для анализа органических веществ.
- 9. Качественный и количественный анализ в ИК-спектроскопии.
- 10. ЯМР-спектроскопия. Основные принципы и понятия в ЯМР-спекроскопии. Принципиальная схема ЯМР-спектрометра.
- 11. Химический сдвиг. Спин-спиновое взаимодействие и мультиплетность сигналов ЯМР. Константа спин-спинового взаимодействия.
- 12.ЯМР ¹Н спектроскопия. Спектры первого порядка. Отклонения от правил первого порядка в экспериментальных спектрах.
- 13. Пределы применимости простых правил расщепления в ЯМР ¹Н-спектрах.
- $14.~\rm{ }$ ЯМР $^{13}\rm{C}$ спектроскопия. Химический сдвиг в спектрах ЯМР $^{13}\rm{C}$. Спин-спиновое взаимодействие и мультиплетность сигналов.
- 15. Двумерная ЯМР-спектроскопия. Эксперименты COSY, NOESY, HSQC, HMBC.

Критерии выставления оценки магистранту на зачете

Оценка	Требования к сформированным компетенциям
«зачтено»	Магистрант показал развернутый ответ, представляющий собой связное, логическое, последовательное раскрытие поставленного вопроса, широкое знание литературы.
«незачтено»	Магистрант обнаруживает незнание большей части проблем, связанных с изучением вопроса, допускает ошибки в ответе, искажает смысл текста, беспорядочно и неуверенно излагает материал.

Шкала оценки уровня достижения результатов обучения для текущей и промежуточной аттестации (зачет) по дисциплине «Современные спектроскопические методы анализа»

Баллы	Уровни достижения результатов			
(рейтинговая	я обучения		Tnahaaayya y ahanyunaaayyyy	
оценка)	Текущая и	Промежуточ-	Требования к сформированным	
	промежуточная	ная аттестация	компетенциям	
	аттестация			
100 - 86	Повышенный		Свободно и уверенно находит достоверные	
			источники информации, оперирует	
			предоставленной информацией, отлично	
			владеет навыками анализа и синтеза	
			информации, знает все основные методы	
		«зачтено»	решения проблем, предусмотренные учебной	
			программой, знает типичные ошибки и	
			возможные сложности при решении той или	
			иной проблемы и способен выбрать и	
			эффективно применить адекватный метод	
			решения конкретной проблемы.	
85-76	Базовый		В большинстве случаев способен выявить	
		Wor II ollow	достоверные источники информации,	
			обработать, анализировать и синтезировать	
			предложенную информацию, выбрать метод	

			решения проблемы и решить ее. Допускает единичные серьезные ошибки в решении проблем, испытывает сложности в редко встречающихся или сложных случаях решения проблем, не знает типичных ошибок и возможных сложностей при решении той или иной проблемы.
75-61	Пороговый	«зачтено»	Допускает ошибки в определении достоверности источников информации, способен правильно решать только типичные, наиболее часто встречающиеся проблемы в конкретной области (обрабатывать информацию, выбирать метод решения проблемы и решать ее)
60-0	Уровень не достигнут	«не зачтено»	Не знает значительной части программного материала, допускает существенные ошибки, неуверенно, с большими затруднениями выполняет практические работы.