

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Щёкина Вера Витальевна

Должность: Ректор

Дата подписания: 23.11.2022 08:56:05

Уникальный программный ключ:

a2232a55157e576551a8999b1190892af53989420420336ffbf573a434e74749



**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Благовещенский государственный педагогический
университет»**

**ОСНОВНАЯ ОБРАЗОВАТЕЛЬНАЯ ПРОГРАММА
Рабочая программа дисциплины**

УТВЕРЖДАЮ

**Декан естественно-географического
Факультета ФГБОУ ВО «БГПУ»**

И.А. Трофимцова

«22» мая 2019 г.

**Рабочая программа дисциплины
ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ**

**Направление подготовки
44.04.01 ПЕДАГОГИЧЕСКОЕ ОБРАЗОВАНИЕ**

**Профиль
«ЕСТЕСТВЕННО-НАУЧНОЕ ОБРАЗОВАНИЕ»**

**Уровень высшего образования
МАГИСТРАТУРА**

**Принята на заседании кафедры химии
(протокол № 8 от «15» мая 2019 г.)**

Благовещенск 2019

СОДЕРЖАНИЕ

1 ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ

ЗАПИСКА..........**3**

2 УЧЕБНО-ТЕМАТИЧЕСКОЕ ПЛАНИРОВАНИЕ**4**

3 СОДЕРЖАНИЕ ТЕМ (РАЗДЕЛОВ)..........**7**

4 МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ (УКАЗАНИЯ) ДЛЯ СТУДЕНТОВ ПО ИЗУЧЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ..........**8**

5 ПРАКТИКУМ ПО ДИСЦИПЛИНЕ..........**11**

**6 ДИДАКТИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ(САМОКОНТРОЛЯ)
УСВОЕННОГО МАТЕРИАЛА.....**.....**15**

7 ПЕРЕЧЕНЬ ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ПРОЦЕССЕ ОБУЧЕНИЯ..........**25**

8 ОСОБЕННОСТИ ИЗУЧЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ ИНВАЛИДАМИ И ЛИЦАМИ С ОГРАНИЧЕННЫМИ ВОЗМОЖНОСТЯМИ ЗДОРОВЬЯ..........**27**

9 СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННЫХ РЕСУРСОВ..........**27**

10 МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ БАЗА..........**28**

11 ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ И ДОПОЛНЕНИЙ..........**30**

1 ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

1.1 Цель дисциплины: ознакомление магистров с принципиальными основами и практическими возможностями современных физических методов исследования.

1.2 Место дисциплины в структуре ООП

Дисциплина «Физические методы исследования» относится к дисциплинам части, формируемой участниками образовательных отношений блока Б1 (Б1.В.05).

1.3 Дисциплина направлена на формирование следующих компетенций: ОПК-2, ПК-1, ПК-2:

- ОПК-2. Способен проектировать основные и дополнительные образовательные программы и разрабатывать научно-методическое обеспечение их реализации, **индикаторами** достижения которой являются:

- ОПК-2.1 Знает содержание основных нормативных документов, необходимых для проектирования ОП; сущность и методы педагогической диагностики особенностей обучающихся; сущность педагогического проектирования; структуру образовательной программы и требования к ней.

- ОПК-2.2 Умеет использовать методы педагогической диагностики; осуществлять проектную деятельность по разработке ОП; проектировать отдельные структурные компоненты ООП.

- ПК-1. Способен организовывать и реализовывать процесс обучения дисциплинам предметной области профиля магистратуры в образовательных организациях соответствующего уровня образования, **индикатором** достижения которой является:

- ПК-1.3 Владеет предметным содержанием, методикой обучения дисциплинам предметной области профиля магистратуры в образовательных организациях соответствующего уровня образования; современными методами и технологиями обучения с учетом социальных, возрастных, психофизиологических и индивидуальных особенностей обучаемых в образовательных организациях разного уровня.

- ПК-2. Способен осуществлять поиск, анализ и обработку научной информации в целях исследования проблем образования в предметной области профиля магистратуры, **индикатором** достижения которой является:

- ПК-2.1 Знает источники научной информации, необходимой для обновления содержания образования по дисциплинам предметной области профиля магистратуры и трансформации процесса обучения; методы работы с научной информацией; приемы дидактической обработки научной информации в целях ее трансформации в учебное содержание.

1.4 Перечень планируемых результатов обучения. В результате изучения дисциплины студент должен

- знать:

- физическую теорию современных методов исследования, технику и методики проведения экспериментов;

- правила работы на современном оборудовании;

- технику безопасности при работе в специализированной химической лаборатории;

- уметь:

- анализировать возможности физических методов, исходя из специфики поставленной исследовательской или экспертной задачи;

- проводить исследования на современной аппаратуре;

- выполнять требования техники безопасности при работе на приборах;

- составить и запрограммировать калибровочные графики в память прибора;

- владеть:

- навыками работы на современной учебно-научной аппаратуре при проведении экспериментов;
- методикой получения практической информации на основе имеющихся экспериментальных данных;
- современными программами.

1.5Общая трудоемкость дисциплины «Физические методы исследования» составляет 2зачетных единицы (далее – ЗЕ) (72 часа).

Программа предусматривает изучение материала на лекциях и практических занятиях. Предусмотрена самостоятельная работа студентов по темам и разделам. Проверка знаний осуществляется фронтально, индивидуально.

1.6Объем дисциплины и виды учебной деятельности

Объем дисциплины и виды учебной деятельности (очная форма обучения)

Вид учебной работы	Всего часов	Семестр 2
Общая трудоемкость	72	2
Аудиторные занятия	18	
Лекции	4	
Практические работы	14	
Самостоятельная работа	54	
Вид итогового контроля:		Зачет

Объем дисциплины и виды учебной деятельности (заочная форма обучения)

Вид учебной работы	Всего часов	Семестры
Общая трудоемкость	72	2
Аудиторные занятия	10	
Лекции	2	
Практические работы	8	
Самостоятельная работа	58	
Вид итогового контроля:	4	Зачет

2 УЧЕБНО-ТЕМАТИЧЕСКОЕ ПЛАНИРОВАНИЕ

Учебно-тематический план (очная форма обучения)

№	Наименование тем (разделов)	Всего часов	Аудиторные занятия		Самостоятельная работа
			Лекции	Практические занятия	

1.	Введение. Значение физических методов исследования в химии. УФ-спектроскопия. Исследование органических соединений с помощью УФ-спектроскопии: изучение структуры, взаимодействие хромофоров, стерические эффекты, водородная связь	15	1		14
2.	ИК-спектроскопия. Основные области ИК спектра. Особенности инфракрасных спектров важнейших классов органических соединений. Факторы, влияющие на ИК спектр: водородная связь, стерические эффекты, эффект масс, изотопный эффект, сопряжение	19	1	4	14
3.	Спектроскопия ЭПР и ЯМР. Сущность методов ЭПР и ЯМР, возможности, особенности, ограничения	23	1	8	14
4.	Масс-спектрометрия. Особенности регистрации масс-спектров. Общий вид масс-спектра. Масс-спектры высокого разрешения	15	1	2	12
Итого		72	4	14	54

Учебно-тематический план
(заочная форма обучения)

№	Наименование тем (разделов)	Всего часов	Аудиторные занятия		Самостоятельная работа
			Лекции	Практические занятия	
1.	Введение. Значение физических методов исследования в химии. УФ-спектроскопия. Исследование органических соединений с помощью УФ-спектроскопии: изучение структуры, взаимодействие хромофоров, стерические эффекты, водородная связь	15	0.5	2	14

2.	ИК-спектроскопия. Основные области ИК спектра. Особенности инфракрасных спектров важнейших классов органических соединений. Факторы, влияющие на ИК спектр: водородная связь, стерические эффекты, эффект масс, изотопный эффект, сопряжение	17	0.5	2	14
3.	Спектроскопия ЭПР и ЯМР. Сущность методов ЭПР и ЯМР, возможности, особенности, ограничения	19	0.5	2	16
4.	Масс-спектрометрия. Особенности регистрации масс-спектров. Общий вид масс-спектра. Масс-спектры высокого разрешения	17	0.5	2	14
	зачет	4			
	Итого	72	2	8	58

Интерактивное обучение по дисциплине
(очная форма обучения)

№	Тема занятия	Вид занятия	Форма интерактивного занятия	Кол-во часов
1.	ИК-спектроскопия	ЛК	Лекция-консультация	2
2.	Спектроскопия ЯМР	ЛК	Лекция-дискуссия	2
3.	УФ-спектроскопия	ПР	Проведение видеоконференций, пресс-конференций	2
	Всего			6

Интерактивное обучение по дисциплине
(заочная форма обучения)

№	Тема занятия	Вид занятия	Форма интерактивного занятия	Кол-во часов
1.	ИК-спектроскопия	ЛК	Лекция-консультация	2
2.	Спектроскопия ЯМР	ЛК	Лекция-дискуссия	2
3.	УФ-спектроскопия	ПР	Проведение видеоконференций, пресс-конференций	2
4.	Масс-спектрометрия	ПР	Работа в микрогруппах	2
	Всего			8

3 СОДЕРЖАНИЕ ТЕМ (РАЗДЕЛОВ)

ВВЕДЕНИЕ

Место физических методов в органической химии. Особенности спектральных методов и их положение на шкале электромагнитного спектра. Характер состояний и диапазон частот.

УФ-спектроскопия

Вид и положение полос поглощения, типы электронных переходов, природа поглощения света. Законы поглощения света веществом, ограничения. Образцы. Влияние растворителя и температуры на вид полос поглощения. Способы изображения спектров, терминология. Хромофоры и ауксохромы. Поглощение насыщенных соединений и изолированных хромофоров. Поглощение ненасыщенных соединений и сопряженных хромофоров. Поглощение ароматических соединений, влияние заместителей, конденсированных ядер. Поглощение гетероароматических соединений. Исследование органических соединений с помощью УФ-спектроскопии: изучение структуры, взаимодействие хромофоров, стерические эффекты, водородная связь.

ИК-спектроскопия

Типы частот поглощения. Условия характеристичности частот. Типы колебаний и интенсивность полос поглощения. Зависимость частоты колебания от массы атомов и кратности связи. Основные области ИК спектра. Особенности инфракрасных спектров важнейших классов органических соединений. Характеристические частоты основных функциональных групп: OH, NO₂, CN, Hal и др. Поглощение соединений с C=O группой, поглощение амидов и аминов. Факторы, влияющие на ИК спектр: водородная связь, стерические эффекты, эффект масс, изотопный эффект, сопряжение.

Спектроскопия ЭПР

Принципы спектроскопии электронного парамагнитного (спинового) резонанса. Условие ЭПР.

g-Фактор и его значение. Сверхтонкое расщепление сигнала ЭПР при взаимодействии с одним и несколькими ядрами. Число компонент мультиплета, распределение интенсивности. Константа СТС, ДСТС. Тонкое расщепление. Ширина линий. Приложение метода ЭПР в химии. Изучение механизмов химических реакций. Химическая поляризация электронов. Определение свободных радикалов и других парамагнитных центров. Блок-схема спектрометра ЭПР, особенности эксперимента, достоинства и ограничения метода.

Спектроскопия ЯМР

Сущность метода ЯМР, возможности, особенности, ограничения. Спин ядра, ориентация ядерного спина в магнитном поле. Условие резонанса и его экспериментальное обнаружение. Константа экранирования, абсолютный и относительный химический сдвиги. Эталоны, развертка по полю и по частоте. Зависимость химического сдвига от H₀. Влияние на химический сдвиг гибридизации атома углерода и электронных эффектов заместителей, температуры, концентрации, кислотности среды, растворителя. Спин-спиновое взаимодействие. Мультиплетность сигналов ЯМР. КССВ: прямые, геминальные, вицинальные и дальнние константы, их знак и свойства. Спиновые системы, спектры первого и высших порядков. Ядерный эффект Оверхаузера. Способы упрощения спектров, двойной резонанс, подавление спин-спинового взаимодействия. Динамические эффекты в спектроскопии ЯМР.

Масс-спектрометрия

Особенности регистрации масс-спектров. Образование молекулярного иона и его фрагментация. Основные закономерности фрагментации органических молекул при электронном ударе и химической ионизации. Молекулярные, изотопные и метастабильные

ники. Общий вид масс-спектра. Анализ области молекулярного иона. Масс-спектры высокого разрешения

4 МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ (УКАЗАНИЯ) ДЛЯ СТУДЕНТОВ ПО ИЗУЧЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

Рабочая программа дисциплины «Физические методы исследования» предназначена для самостоятельной работы магистрантов.

Рабочая программа дисциплины включает: учебно-тематический план; содержание разделов (тем); практикум; didактические материалы (ФОС) для контроля (самоконтроля) усвоенного материала; список литературы, в том числе интернет-ресурсы.

Рабочая программа призвана помочь магистрантам в организации самостоятельной работы по освоению дисциплины «Физические методы исследования».

Дисциплина «Физические методы исследования» играет важную роль в подготовке магистранта, так как она предполагает комплексный характер, соединяя фундаментальную теоретическую и прикладную подготовку. К практическим занятиям магистрантам предлагаются задания, выполнение которых поможет в освоении лекционного материала. В качестве конспектов не принимаются материалы, «скачанные» из Интернета и распечатанные. В ходе изучения дисциплины предусмотрено несколько контрольных точек: контрольная работа, анализ научной статьи и подготовка реферата. При успешном выполнении всех работ магистрант может получить итоговую оценку по результатам текущей аттестации.

Самостоятельная работа относится к числу основных и стабильных видов учебно-познавательной деятельности студентов. Главная ее цель – расширить и углубить знания, умения, полученные на лекционных и практических занятиях, предотвратить их забывание, развить индивидуальные способности студентов. Этот вид учебной деятельности должен опираться на самодеятельность, сознательность, активность и инициативу студентов.

В качестве основных форм самостоятельной работы магистрантов по дисциплине «Физические методы исследования» можно выделить: самостоятельное изучение тем дисциплины, обеспеченных литературой; углубленное изучение отдельных тем дисциплины с использованием дополнительной литературы и Интернет-ресурсов; создание визуальных носителей информации с использованием современных информационных ресурсов; написание рефератов, статей в соответствии с требованиями к данному типу работ.

Среди форм самостоятельной работы магистрантов по курсу «Физические методы исследования» особое значение имеют контрольные и домашние работы (рефераты). Их основная цель состоит в приучении студентов к систематической самостоятельной работе над учебным курсом, а также в формировании у них умений и навыков применения теоретических положений для анализа и оценивания психологических явлений, педагогических ситуаций, конкретных историко-педагогических фактов.

Контрольные и домашние работы (рефераты) призваны выполнить следующие didактические функции:

– контроль и самоконтроль полученных знаний и усвоенных умений по изучаемому курсу;

– закрепление знаний, умений, полученных на лекционных и семинарских занятиях;

– расширение и углубление учебного материала;

– формирование навыков самостоятельного выполнения упражнений и изучения научных источников;

– развитие самостоятельного мышления путем выполнения индивидуальных заданий в объеме, выходящем за рамки программного материала, но отвечающего возможностям студентов.

Одной из задач изучения дисциплины является создание условий для самостоятельной и исследовательской работы магистров педагогики, которая включает:

– самостоятельное изучение тем дисциплины, обеспеченных литературой;

– углубленное изучение отдельных тем дисциплины с использованием дополнительной литературы и Интернет – ресурсов;

– создание визуальных носителей информации с использованием современных информационных ресурсов;

– написание рефератов, статей в соответствии с требованиями к данному типу работ.

Предлагается построение индивидуальных планов (виды и темы заданий, сроки представления результатов) самостоятельной работы обучаемых в пределах часов, отведенных на самостоятельную работу.

Преподаватель определяет содержание самостоятельной работы, ее формы и объем; разрабатывает необходимое учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы по дисциплине, составляет график индивидуальных и групповых консультаций, осуществляет индивидуальную педагогическую поддержку магистрантов в самостоятельной работе, включает обучаемых в рефлексию проведенной работы и оценивает ее результаты.

Типовые задания способствуют формированию педагогического знания; развитию умений работы с педагогическим текстом. К типовым заданиям для самостоятельной работы магистрантов относятся:

- работа с первоисточниками;
- самостоятельное изучение тем учебной программы, не включенных в лекционные материалы;
- решение исследовательских задач;
- составление словаря научных понятий по теме исследования;
- разработка опорных конспектов по ряду тем;
- моделирование фрагментов исследовательской деятельности;
- выбор средств и методов решения исследовательских заданий;
- осуществление рефлексивной деятельности;
- составление аннотированных списков литературы по отдельным темам;
- исследовательские работы (по выбору обучаемых).

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы

студентов по дисциплине

(для очной формы обучения)

№ п/п	Наименование раздела (темы) дисциплины	Формы/виды самостоятельной работы	Количество часов, в со- ответствии с учебно-те- матическим планом
1	Введение. Значение физических методов исследования в химии. УФ-спектроскопия. Исследование органических соединений с помощью УФ-спектроскопии: изучение структуры, взаимодействие хромофоров,	Выписать методы научного исследования в соответствии с классификацией и выбрать те методы, которые будут применимы к конкретной теме исследования Выписать из различных источников (статей, учебников и монографий) использование УФ-спектроскопии для анализа строения и свойств различных соединений	14

	стериические эффекты, водородная связь		
2	Спектроскопия ЭПР и ЯМР. Сущность методов ЭПР и ЯМР, возможности, особенности, ограничения	Выписать из различных источников (статей, учебников и монографий) использование ИК-спектроскопии для анализа строения и свойств различных соединений	14
3	Спектроскопия ЭПР и ЯМР. Сущность методов ЭПР и ЯМР, возможности, особенности, ограничения	Выписать из различных источников (статей, учебников и монографий) использование ЭПР и ЯМР спектроскопии для анализа строения и свойств различных соединений	14
4	Масс-спектрометрия. Особенности регистрации масс-спектров. Общий вид масс-спектра. Масс-спектры высокого разрешения	Выписать из различных источников (статей, учебников и монографий) использование масс-спектрометрии для анализа строения и свойств различных соединений	12
Всего			54

**Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы
студентов по дисциплине
(для заочной формы обучения)**

№ п/п	Наименование раздела (темы) дисциплины	Формы/виды самостоятельной работы	Количество часов, в со- ответствии с учебно-те- матическим планом
1	Введение. Значение физических методов исследования в химии. УФ-спектроскопия. Исследование органических соединений с помощью УФ-спектроскопии: изучение структуры, взаимодействие хромофоров, стериические эффекты, водородная связь	Выписать методы научного исследования в соответствии с классификацией и выбрать те методы, которые будут применимы к конкретной теме исследования Выписать из различных источников (статей, учебников и монографий) использование УФ-спектроскопии для анализа строения и свойств различных соединений	14
2	Спектроскопия ЭПР и ЯМР. Сущность методов ЭПР	Выписать из различных источников (статей, учебников и монографий) использование ИК-спектроскопии для анализа строения и	14

	и ЯМР, возможности, особенности, ограничения	свойств различных соединений	
3	Спектроскопия ЭПР и ЯМР. Сущность методов ЭПР и ЯМР, возможности, особенности, ограничения	Выписать из различных источников (статей, учебников и монографий) использование ЭПР и ЯМР спектроскопии для анализа строения и свойств различных соединений	16
4	Масс-спектрометрия. Особенности регистрации масс-спектров. Общий вид масс-спектра. Масс-спектры высокого разрешения	Выписать из различных источников (статей, учебников и монографий) использование масс-спектрометрии для анализа строения и свойств различных соединений	14
Всего			56

5 ПРАКТИКУМ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Практические работы для магистрантов, обучающихся на очном отделении

№	Темы	Вид занятий	Кол-во часов
1	Исследование ИК-спектроскопией химических соединений висмута и сурьмы	Практическая работа	4
2	Расчет основных параметров спектров ЭПР	Практическая работа	4
3	Интерпретация спектров ЯМР комплексов переходных металлов	Практическая работа	4
4	Масс-спектрометрия	Практическая работа	2
Итого			14

Практические работы для магистрантов, обучающихся на заочном отделении

№	Темы	Вид занятий	Кол-во часов
1	Исследование ИК-спектроскопией химических соединений висмута и сурьмы	Практическая работа	2
3	Расчет основных параметров спектров ЭПР	Практическая работа	2
4	Интерпретация спектров ЯМР комплексов переходных металлов	Практическая работа	2
5	Масс-спектрометрия	Практическая работа	2
Итого			8

Практическое занятие № 1

Исследование ИК-спектроскопией химических соединений висмута и сурьмы

Вопросы для подготовки

- История открытия ИК излучения и создания ИК спектрального анализа. Роль российских ученых в развитии теории колебаний. Место спектроскопических методов анализа в изучении строения и свойств соединений висмута и сурьмы.

2. Спектроскопические методы – как методы, основанные на взаимодействии электромагнитного излучения с образцом. Ведущая роль методов оптической и радиоспектроскопии в изучении строения полимеров. Ближняя, средняя и дальняя ИК области.

3. Различные виды спектрального анализа: спектроскопия поглощения, спектроскопия рассеяния, спектроскопия отражения и эмиссионная спектроскопия. Упругое и неупругое рассеяние. Типы упругого рассеяния (рэлеевское, дифракционное, рассеяние МИ). Комбинированное рассеяние или рамановская спектроскопия.

4. Колебательная спектроскопия и основы теории колебаний. Прямая и обратная спектральные задачи. Обертона и составные частоты. Ферми-резонанс. Батахромный и гипсохромный сдвиги полос в УФ спектре поглощения. Возможности и преимущества метода УФ спектроскопии. Отличие и сходство методов ИК и рамановской спектроскопии

5. Валентные и деформационные колебания. Отнесение полос поглощения в ИК спектре. Характеристические полосы поглощения. Метод «отпечатков пальцев» в криминалистике. Интегральная оптическая плотность. Три основных характеристики ИК полосы поглощения. Зависимость полуширины полосы поглощения от фазового состояния полимера. Определение концентрации поглащающих центров с помощью уравнения Бугера-Ламберта-Бера. Влияние различных факторов на погрешность спектроскопических измерений.

6. Решение с помощью методов спектрального анализа аналитических, химических, структурных и технологических задач.

7. Анализ химического, молекулярного и надмолекулярного строения соединений висмута и сурьмы

8. Возможности метода Фурье-ИК спектроскопии для изучения соединений висмута и сурьмы.

Практическое занятие № 2

Расчет основных параметров спектров ЭПР

Цель работы: рассчитать основные параметры экспериментальных спектров ЭПР, определить тип симметрии исследуемого образца.

Теоретическая часть. Характер спектров ЭПР во многом определяется состоянием, в котором находится изучаемый образец. При исследовании соединений в растворах, в результате быстрых молекулярных движений (вращательная диффузия с частотой больше, чем частота ЭПР), различия в магнитных свойствах по осям x , y , z усредняются. Такие спектры называются *изотропными* (также как и параметры ЭПР). Изотропные параметры – это усредненные по всем направлениям параметры парамагнитного молекулярного образования.

В статических условиях, если исследуемое вещество в кристаллическом состоянии, такое усреднение невозможно и поэтому спектр будет представлен более сложной спектральной картиной. Спектры такого рода называются *анизотропные*.

Рассмотрим мономерный плоскоквадратный комплекс меди. Неспаренный электрон атома меди находится на $d_{x^2-y^2}$ -атомной орбитали. Очевидно, что при одинаковом лигандном окружении, магнитные свойства по осям x , y будут одинаковыми, а по оси z будут отличаться. В этом случае, парамагнитная частица будет обнаруживать спектр, отвечающий *аксиальной симметрии*. Такой спектр будет характеризоваться двумя g -факторами перпендикулярной и параллельной ориентаций (g_{\perp}, g_{\parallel}) и аналогичными константами СТС ($\hat{A}_{\perp}, \hat{A}_{\parallel}$).

В случае тригонально-бипирамидальных комплексов свойства по всем трем направлениям будут отличаться, что отвечает *ромбической симметрии*. В спектре можно выделить три константы СТС (\hat{A}_x, A_y, A_z), которым соответствуют три g -фактора (g_x, g_y, g_z).

Порядок выполнения работы

Алгоритм расчета основных параметров спектров ЭПР

1. Измеряют длину спектра (d в мм).

Например, $d = 233.8$ мм.

2. Отмечают ширину спектра в Гц (значение приведено под спектром).

Например, $G = 600$ Гц.

3. Вычисляют масштаб M .

$$M = 600/233.8 = 2.566 \text{ Гц/мм.}$$

4. Вычисляют константы СТС.

А) определяют положение компонент по каждой ориентации, используя правило, что расстояние от первой до второй компоненты, а от второй и до третьей и т.д. практически одинаково. Сигналы x -направления отмечают по максимумам, y -по серединам, z -по минимумам. Далее измеряют расстояние от первой до последней компоненты для каждой ориентации (r_x, r_y, r_z в мм).

Б) Константы СТС рассчитывают по формуле:

$$\hat{A} = \frac{r \cdot M}{n - 1},$$

где n – количество компонент СТС.

$$\text{Например, } \hat{A}_x = \frac{175 \cdot 2.566}{3} = 149.68 \text{ (Гц).}$$

1. Вычисляют g -факторов.

Так как для ДФПГ значение g -фактора известно (2.0036), то зная положение сигнала ДФПГ можно найти напряженность в этой точке. А все значения напряженности по трем направлениям будут смещены на некоторую величину относительно этого значения.

А) Отмечают середину между первой и второй компонентами каждой ориентации.

Б) На экспериментальном спектре отмечают точку ДФПГ.

В) Измеряют расстояние (R в мм) от середины между компонентами до линии ДФПГ.

Г) Рассчитывают значение напряженности в точке ДФПГ, исходя из условия резонанса

$$h\nu = g\beta H.$$

$$\text{Например, } H_{\text{ДФПГ}} = \frac{h\nu}{g\beta} = \frac{0.7144843 \cdot 9524.5}{2.0036} = 3396.44 \text{ (Гц),}$$

$$\text{Величина } \frac{h}{\beta} = \text{const} = 0.7144843, \text{ частоту } \nu \text{ определяют по частотомеру.}$$

Д) Находят напряженность поля для каждой ориентации по известной напряженности в точке ДФПГ.

$$\text{Например, } H_x = H_{\text{ДФПГ}} - R_x \cdot M = 3396.44 - 52 \cdot 2.566 = 3263.01 \text{ (Гц).}$$

Е) Вычисляют значения g -факторов:

$$g = \frac{h\nu}{\beta H}.$$

$$\text{Например, } g_x = \frac{0.7144843 \cdot 9524.5}{3263.01} = 2.086.$$

5. Если в системе наблюдается спин-спиновое взаимодействие, то необходимо рассчитывать константу ДСТС. Для этого измеряют расстояние (l в мм) между крайними пиками триплета (для расчета больше подходит последняя компонента).

$$\text{Формула расчета: } \hat{a} = \frac{l \cdot M}{2}.$$

$$\text{Например, } a_x = \frac{22 \cdot 2.566}{2} = 9.5 \text{ (Гц).}$$

Сравнивают полученные данные и делают вывод о симметрии.

Если $g_x = g_y \neq g_z$ ($g_\perp \neq g_H$) – аксиальная симметрия.

Если $g_x \neq g_y \neq g_z$ - ромбическая симметрия.

Значения констант СТС соотносятся аналогичным образом.

Форма отчета: экспериментальные спектры ЭПР, расчеты параметров, заключение о симметрии исследуемого образца.

Практическое занятие № 3

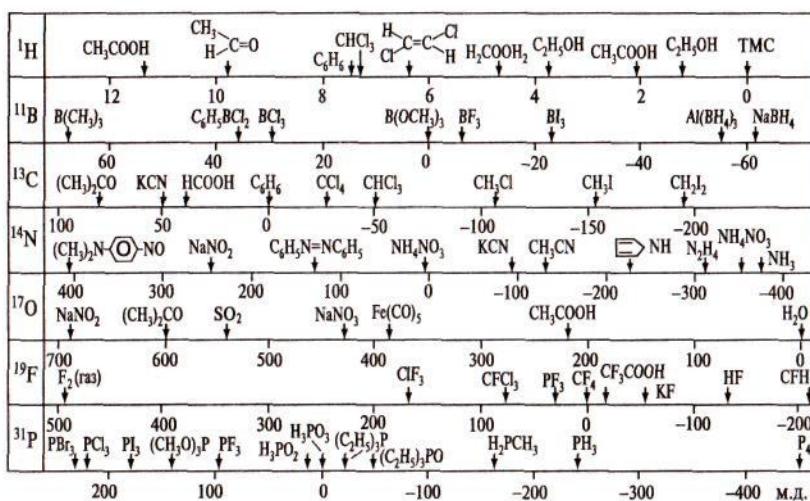
Интерпретация спектров ЯМР комплексов переходных металлов

Цель работы: изучить экспериментальных спектров ЯМР ^{13}C , ^{31}P , ^{113}Cd , ^{15}N , научиться соотносить сигналы в спектре, их относительные интенсивности и мультиплетности с предлагаемой структурной моделью молекулы.

Описание работы. Данные спектроскопии ЯМР позволяют одновременно получать информацию как о статических, так и о динамических характеристиках молекул в широком временном интервале.

Прежде чем начать анализ спектра ЯМР, представляющего собой набор сигналов в координатах химический сдвиг – интенсивность сигнала, необходимо решить вопрос: все ли сигналы в спектре относятся к исследуемому соединению. Наличие сигналов примесей может существенно затруднить анализ спектра и исказить конечные выводы о структуре и динамических характеристиках изучаемого соединения. Как правило, такими примесями являются растворители и/или какие-то соединения, используемые на стадиях синтеза и очистки. Сигналы практически всех применяемых в спектроскопии ЯМР растворителей можно найти в литературе (см. Ю. А. Пентин, Л. В. Вилков «Физические методы исследования в химии», стр. 432-435). На схеме показаны диапазоны наблюдаемых химических сдвигов для некоторых ядер в различных химических соединениях:

Далее необходимо установить, участвуют ли молекулы исследуемых соединений в динамических процессах, которые могут изменить вид спектра и привести к неверным выводам о структуре соединения. Наличие в спектре линий с необычно большой полушириной (по сравнению с другими линиями или по сравнению со спектрами хорошо исследованных веществ) является одним из свидетельств стереохимической нежесткости молекулы или протекания изомеризационных процессов. В этом случае следует зарегистрировать ряд спектров при последовательном понижении температуры образца вплоть до получения спектра, соответствующего стереохимически жесткой структуре (НТП спектра), с естественной шириной линий. Этот спектр и подлежит анализу для получения точной информации



мации о статической структуре молекулы. Но даже спектр, содержащий только узкие линии, может быть результатом протекания в системе быстрых динамических процессов. Особенно часто такая ситуация встречается при исследовании координационных соединений, в которых барьеры изомеризации или миграции лигандов относительно невелики, и скорости динамических процессов сопоставимы с характеристическими временами измерений ЯМР на многих ядрах.

Следующим шагом в анализе спектра является соотнесение числа сигналов в спектре, их относительной интенсивности и мультиплетности с предлагаемой структурной моделью молекулы. Число сигналов должно соответствовать числу структурно неэквивалентных ядер (групп ядер) определенного сорта, относительная интенсивность сигналов – числу ядер в каждой из групп. Мультиплетная структура сигналов и конкретные значения скалярных констант спин-спинового взаимодействия указывают на специфические детали взаимного расположения магнитных ядер в предлагаемой структуре. По определению, появление сигнала в спектре ЯМР обязано взаимодействию химического сдвига, тогда как тонкая структура каждого из сигналов есть результат скалярного спин-спинового взаимодействия. Для корректного анализа каждой из этих компонент спектра ЯМР необходимо их разделить и приписать конкретные значения химических сдвигов и констант спин-спинового взаимодействия наблюдаемым в спектре сигналам. При относительно простой структуре спектра отнесение сигналов не вызывает затруднений, тогда как в спектрах, содержащих перекрывающиеся мультиплеты со сложной структурой отнесение наблюдаемых линий к определенным сигналам может быть достаточно сложной задачей. В этом случае помогают несколько простых правил, определяющих положение линий в пределах мультиплета и их относительную интенсивность.

1. В спектрах первого порядка линии, принадлежащие одному мультиплету, расположены симметрично относительно его центра, который и определяет химический сдвиг соответствующего сигнала.

2. Для спектров первого порядка относительная интегральная интенсивность линий в мультиплете определяется простыми соотношениями треугольника Паскаля.

3. Расстояния между линиями мультиплета, выраженные в герцах, не зависят от несущей частоты спектрометра ЯМР, на котором зарегистрирован данный спектр.

4. Расстояния между центрами мультиплетов (между химическими сдвигами разных сигналов), выраженные в миллионных долях, также не зависят от несущей частоты спектрометра.

Форма отчета: экспериментальные спектры ЯМР, выводы по соотнесению числа сигналов в спектре, их относительной интенсивности и мультиплетности с предлагаемой структурной моделью молекулы

Практическое занятие № 4

Масс-спектрометрия

Вопросы для подготовки

1. Составные части масс-спектрометра.
2. Источники ввода и ионизации образца, границы применения.
3. Электронная и химическая ионизация, основные принципы. Электроспрей.
4. MALDI, основные принципы, типы матриц.
5. Масс-анализаторы: квадруполь, ионная ловушка, времяпролетный, ячейка ион-циклотронного резонанса.
6. Разрешение и диапазон m/z . Тандемные / гибридные системы.
7. Варианты сопряжения источника ионов и масс-анализатора.

6 ДИДАКТИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ(САМОКОНТРОЛЯ) УСВОЕННОГО МАТЕРИАЛА

6.1 Оценочные средства, показатели и критерии оценивания компетенций

Индекс компетенции	Оценочное средство	Показатели оценивания	Критерии оценивания сформированности компетенций
---------------------------	---------------------------	------------------------------	---

ОПК-2 ПК-1 ПК-2	Реферат	Низкий (неудовлетворительно)	тема реферата не раскрыта, обнаруживается существенное непонимание проблемы.
		Пороговый (удовлетворительно)	имеются существенные отступления от требований к реферированию. В частности: тема освещена лишь частично; допущены фактические ошибки в содержании реферата или при ответе на дополнительные вопросы; во время защиты отсутствует вывод.
		Базовый (хорошо)	основные требования к реферату и его защите выполнены, но при этом допущены недочёты. В частности, имеются неточности в изложении материала; отсутствует логическая последовательность в суждениях; не выдержан объём реферата; имеются упущения в оформлении; на дополнительные вопросы при защите даны неполные ответы.
		Высокий (отлично)	выполнены все требования к написанию и защите реферата: обозначена проблема и обоснована её актуальность, сделан краткий анализ различных точек зрения на рассматриваемую проблему и логично изложена собственная позиция, сформулированы выводы, тема раскрыта полностью, выдержан объём, соблюдены требования к внешнему оформлению, даны правильные ответы на дополнительные вопросы.
Контрольная работа	Низкий – неудовлетворительно		допустил число ошибок и недочетов превосходящее норму, при которой может быть выставлена оценка «3»
	Пороговый – удовлетворительно		если студент правильно выполнил не менее половины работы или допустил: не более двух грубых ошибок; или не более одной грубой и одной негрубой ошибки и одного недочета; или не более двух-трех негрубых ошибок; или одной негрубой ошибки и трех недочетов; или при отсутствии ошибок, но при наличии четырех-пяти недочетов.
	Базовый – хорошо		студент выполнил работу полностью, но допустил в ней: не более одной негрубой ошибки и одного недочета или не более двух недочетов
	Высокий – отлично		работа выполнена без ошибок, указаны все расчетные формулы, единицы измерения, без ошибок выполнены математические расчеты

	Тест	Низкий –неудовлетворительно	Количество правильных ответов на вопросы теста менее 60 %
		Пороговый – удовлетворительно	Количество правильных ответов на вопросы теста от 61-75 %
		Базовый – хорошо	Количество правильных ответов на вопросы теста от 76-84 %
		Высокий – отлично	Количество правильных ответов на вопросы теста от 85-100 %
		Низкий –неудовлетворительно	Количество правильных ответов на вопросы теста менее 60 %
	Учебные задачи	Низкий –неудовлетворительно	допустил число ошибок и недочетов превосходящее норму, при которой может быть выставлена оценка «3»
		Пороговый – удовлетворительно	студент правильно выполнил не менее половины работы или допустил: не более двух грубых ошибок; или не более одной грубой и одной негрубой ошибки и одного недочета; или не более двух-трех негрубых ошибок; или одной негрубой ошибки и трех недочетов; или при отсутствии ошибок, но при наличии четырех-пяти недочетов.
		Базовый –хорошо	студент выполнил работу полностью, но допустил в ней: не более одной негрубой ошибки и одного недочета или не более двух недочетов
		Высокий – отлично	работа выполнена без ошибок, указаны все расчетные формулы, единицы измерения, без ошибок выполнены математические расчеты

6.2 Промежуточная аттестация студентов по дисциплине

Промежуточная аттестация является проверкой всех знаний, навыков и умений студентов, приобретённых в процессе изучения дисциплины. Формой промежуточной аттестации по дисциплине является зачет.

Для оценивания результатов освоения дисциплины применяется следующие критерии оценивания.

Критерии оценивания устного ответа на зачете

Оценка «зачтено» выставляется студенту, если:

1. вопросы раскрыты, изложены логично, без существенных ошибок;
2. показано умение иллюстрировать теоретические положения конкретными примерами;
3. продемонстрировано усвоение ранее изученных вопросов, сформированность компетенций, устойчивость используемых умений и навыков.

Допускаются незначительные ошибки.

Оценка «не зачтено» выставляется, если:

1. не раскрыто основное содержание учебного материала;
2. обнаружено незнание или непонимание большей или наиболее важной части учебного материала;

3. допущены ошибки в определении понятий, которые не исправлены после нескольких наводящих вопросов;
4. не сформированы компетенции, умения и навыки.

6.3 Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки результатов освоения дисциплины

КОМПЛЕКТ ЗАДАНИЙ ДЛЯ КОНТРОЛЬНОЙ РАБОТЫ

Тема «Электронный парамагнитный резонанс»

Вариант 1

1. Дифференциальный спектр ЭПР вещества представляет собой две линии одинаковой интенсивности с $g_1 = 1,98$ и $g_2 = 2,01$. Как при этом выглядит кривая поглощения?
2. При восстановлении диоксида титана в вакууме получен образец проводимостью 1 См. Каков вид спектра ЭПР (g -фактор и ширина спектра) этого образца?
3. В природной смеси изотопов ванадия содержится 0,24 % ^{50}V с ядерным спином 6 и 99,76 % ^{51}V со спином $\frac{7}{2}$. Каков вид спектра ЭПР комплекса $[\text{V}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$?
4. В природной смеси изотопов хрома содержатся ^{50}Cr , ^{52}Cr , ^{53}Cr , ^{54}Cr . Каков вид спектра ЭПР комплекса $[\text{Cr}(\text{CN})_6]^{3-}$?
5. В природной смеси изотопов меди содержится 69,09 % ^{63}Cu и 30,91 % ^{64}Cu . Оба изотопа имеют ядерный спин $\frac{3}{2}$. Каков вид спектра ЭПР комплекса $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$?

Вариант 2

1. При температуре жидкого азота парамагнитный центр V^{3+} в монокристалле CdS (структура сфалерита) в спектре ЭПР дает синглетную линию с $g = 1,93$. Каков вид спектра этого образца при комнатной температуре?
2. Как изменится интенсивность линий в спектре ЭПР, если образец охладить от комнатной температуры до температуры: а) жидкого азота; б) жидкого гелия?
3. Сравните спектры ЭПР одного и того же парамагнитного центра в диамагнитном металле и диамагнитном диэлектрике.
4. Сколько линий следует ожидать в спектре ЭПР $(\text{CN})_5\text{CoO}_2\text{Co}(\text{NH}_3)_5$? Кобальт – моноизотопный элемент (^{59}Co) имеет спин $\frac{7}{2}$.
5. Почему g -факторы для комплексов $[\text{CrF}_6]^{3-}$ и $[\text{MnF}_6]^{4-}$ изотропны и близки к 2,0, а для комплекса $[\text{CoF}_6]^{4-}$ g -факторы анизотропны и отличаются от 2,0?

Тема «Масс-спектрометрия»

Вариант 1

1. В чем заключается принцип масс-спектрометрического метода анализа?
2. Охарактеризуйте основные параметры масс-спектрометров: диапазон массовых чисел, разрешающую способность, порог чувствительности, коэффициент использования пробы.
3. Из каких основных узлов состоит масс-спектрометр?
4. Чем различаются статические и динамические системы масс-спектрометров?
5. Как действует статический магнитный масс-анализатор?
6. Какие процессы происходят при ионизации молекул электронным ударом? Что такое диссоциативная ионизация?
7. Как рассчитать энергию разрыва связи в газообразной молекуле исходя из энергий появления ионов?
8. Каковы основные этапы расшифровки масс-спектра и идентификации молекулярных предшественников ионов?

Вариант 2

1. Каковы возможности исследования высокотемпературного пара при объединении масс-спектрометрического метода анализа состава пара и эффузионного метода определения давления пара?

2. Какова связь между интенсивностью ионного тока и парциальным давлением компонента пара в эффиционной камере?
3. Как рассчитывают давление пара методом полного изотермического испарения пробы?
4. Как рассчитывают давление пара методом сравнения ионных токов?
5. Как рассчитывают энталпию химической реакции из данных масс-спектрометрического эксперимента?
6. Как определить активность компонентов конденсированной фазы из данных масс-спектрометрического эксперимента? Охарактеризуйте метод дифференциальной масс-спектрометрии.
7. Каковы особенности применения масс-спектрометра при исследовании ионно-молекулярных газофазных процессов?
8. Какую дополнительную информацию о высокотемпературных процессах можно получить, объединяя масс-спектрометрию с другими методами исследования?

ПРИМЕРЫ ТЕСТОВЫХ ЗАДАНИЙ

Вариант 1

1. Кто и когда открыл ИК излучение?

Ответ 1: М.В. Ломоносов в 1740 г.

Ответ 2: У. Гершель в 1800 г.

2. Какие диапазоны электромагнитного спектра отвечают методам оптической спектроскопии? Ответ 1: микроволновое и радиоволновое излучение, Ответ 2: гамма-лучи и рентгеновское излучение,

Ответ 3: УФ, видимое и ИК излучение

3. Чем поглощательная спектроскопия отличается от эмиссионной спектроскопии?

Ответ 1: одно и тоже,

Ответ 2: эмиссионная спектроскопия – это упругое рассеяние падающего света,

Ответ 3: при эмиссионной спектроскопии происходит испускание энергии веществом, в отличие от поглощательной спектроскопии.

4. Каковы основные причины светопотерь в полимерном световоде? Ответ 1: поглощение и рассеяние света, Ответ 2: нарушение закона полного внутреннего отражения, Ответ 3: влияние атмосферной влаги и температуры, Ответ 4: механодеструкция,

5. Каковы виды упругого рассеяния света?

Ответ 1: комбинационное и бриллюэновское. Ответ 2: релеевское, дифракционное и рассеяние Мie.

6. Что такое характеристические ИК полосы поглощения?

Ответ 1: ИК полосы, отвечающие определенным колеблющимся химическим группам и, независимо от различных исследуемых веществ, лежащие на определенных частотах.

Ответ 2: характеризуют валентную связь, Ответ 3: присутствуют в блочных полимерах, Ответ 4: связаны с определенной конформацией молекулярной цепи

7. На каком законе основан количественный ИК спектральный анализ?

Ответ 1: на законе полного внутреннего отражения света, Ответ 2: на рассеяния света по закону Рэлея

Ответ 3: на законе Бугера-Ламберта-Бера.

8. Какие конкретные задачи решает ИК спектральный анализ полимеров?

Ответ 1: аналитические, структурные, химические и технологические, Ответ 2: визуализация изображения Ответ 3: изучение механических, реологических и др. свойств полимеров,

Итоговый тест

Инструкция для студентов

Тест состоит из частей А, В, С и содержит 20 заданий, из них 10 заданий – часть А, 5 заданий – часть В, 5 заданий – часть С. На его выполнение отводится 90 минут. Задания рекомендуется выполнять по порядку, не пропуская ни одного, даже самого легкого. Если задание не удается выполнить сразу, перейдите к следующему. Если останется время, вернитесь к пропущенному заданию. Верно выполненные задания части А оцениваются в 2 балла, части В – 2 балла, части С – 5 баллов.

Часть А

К каждому заданию части А дано несколько ответов, из которых только один ответ верный. Выберите верный, по Вашему мнению, ответ. В бланке ответов напротив номера задания поставьте номер или букву, которые соответствуют номеру или букве выбранного Вами ответа.

А1. С помощью каких методов изучается взаимодействие электромагнитного излучения с веществом, приводящее к различным энергетическим переходам:

- а) дифракционных;
- б) оптических;
- в) спектроскопических;
- г) магнитных.

А2. При четных значениях заряда и массового числа ядерный спин принимает значение:

- а) $I = 3/2$;
- б) $I = 1/2$;
- в) $I = 1$;
- г) $I = 0$.

А3. Время, за которое система возвращается в исходное состояние, отдав избыточную энергию в окружающую среду называется:

- а) время спин-спиновой релаксации;
- б) время спин-решеточной релаксации;
- в) равновесное время;
- г) характеристическое время.

А4. Как на практике определяется величина относительного химического сдвига:

$$\delta = \frac{\nu_{\text{эм}} - \nu_{\text{обр}}}{\nu_{\text{эм}}} ;$$
$$\delta = \frac{H_{\text{эм}} - H_{\text{обр}}}{H_{\text{эм}}} ;$$
$$\text{в)} \quad \delta = \sigma_{\text{эм}} - \sigma_{\text{обр}}.$$

А5. В процессе ионизации веществ образуются различные ионы. Как называется ион Tl_2^+ , образованный при ионизации Tl_2O :

- а) молекулярным;
- б) осколочным;
- в) перегруппировочным;
- г) метастабильным.

А6. Сколько линий следует ожидать в спектре ЭПР $(\text{CN})_5\text{CoO}_2\text{Co}(\text{NH}_3)_5$? Кобальт – моногруппой элемент (^{59}Co) имеет спин 7/2.

- а) 5;
- б) 8;
- в) 1;
- г) 2.

А7. Как называется метод, позволяющий определить дипольный момент газов?

- а) электрический;
- б) первый метод Дебая;

- в) второй метод Дебая;
г) магнитный метод.

А8. Как называется метрологический параметр прибора, характеризующий способность раздельно регистрировать ионы, близкие по массам:

- а) порог чувствительности;
б) разрешающая способность;
в) коэффициент использования пробы;
г) диапазон массовых чисел.

А9. g-Фактор спектроскопического расщепления (g-фактор Ланде) для свободного электрона принимает значение равное

- а) 2,00232;
б) 2,0036;
в) 2,0;
г) 1,9.

А10. Расщепления линий в спектре ЭПР на несколько линий СТС происходит в результате

- а) спин-ядерных взаимодействий;
б) спин-спиновых взаимодействий;
в) ядерных взаимодействий.

Часть В

Будьте внимательны! Задания части В могут быть 3-х типов:

- 1) задания, содержащие несколько верных ответов;
2) задания на установление соответствие;
3) задания, в которых ответ должен быть дан в виде числа, слова, символа, формулы.

Ответы заданий части В запишите на бланке ответов напротив номера задания.

Б1. При каких точечных группах симметрии молекула имеет собственный дипольный момент:

- а) C_{nv} ;
б) S_n ;
в) C_n ;
г) S_4 .

Б2. В зависимости от электронного строения атомы и молекулы могут различаться своими магнитными характеристиками. Определите соответствие:

1) парамагнетизм	а)	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
2) диамагнетизм	б)	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
3) ферромагнетизм	в)	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
4) антиферромагнетизм	г)	<input type="checkbox"/> <input checked="" type="checkbox"/>

Б3. Какие методы относятся к рентгеноструктурной съемке:

- а) метод Лауз;
б) способ Фурье;
в) метод вращения;
г) метод Гуи.

Б4. Как обозначается вертикальная плоскость симметрии?

Б5. Условие резонанса.

Часть С

Ответы к заданиям части С формулируйте в свободной краткой форме и записывайте в бланк ответов.

С1. Условие дифракции.

C2. Мультиплетность – это

C3. Ось симметрии второго порядка – это

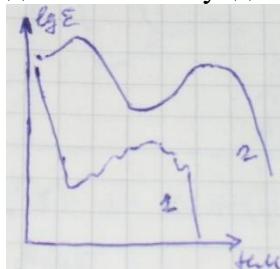
C4. В чем заключается эффект Мессбауэра?

C5. Константа СТС – это

УЧЕБНЫЕ ЗАДАЧИ

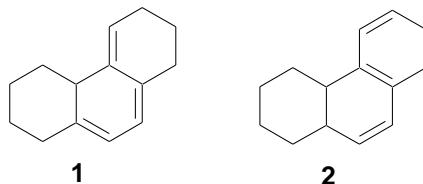
Задание 1. УФ-спектроскопия

1) Какая из кривых поглощения принадлежит: *m*-толуидину, бензиламину?



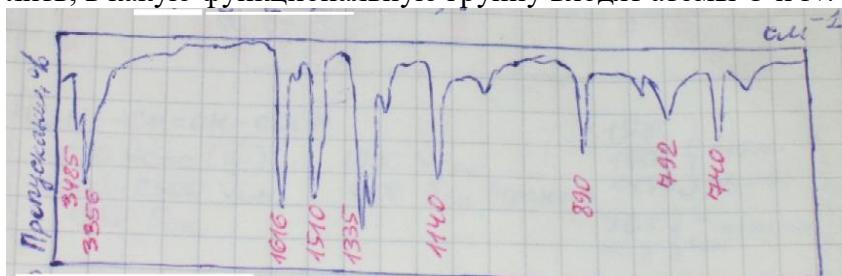
2) Почему у β -нафтола в сравнении с β -нафтилкарбинолом наблюдается батохромное смещение α -полосы?

3) Рассчитать для структур 1 и 2 величины λ_{max} по аддитивной схеме (исходя из $\lambda_{\text{max}} = 217$ бутадиена).

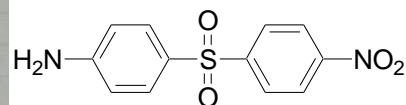
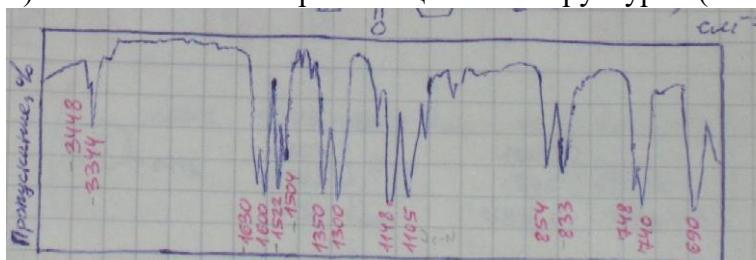


Задание 2. ИК-спектроскопия

1) Записан спектр поглощения вещества с брутто-формулой $\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$ в KBr. Определить, в какую функциональную группу входят атомы O и N?



2) Сопоставить спектр поглощения со структурой (запись в KBr):

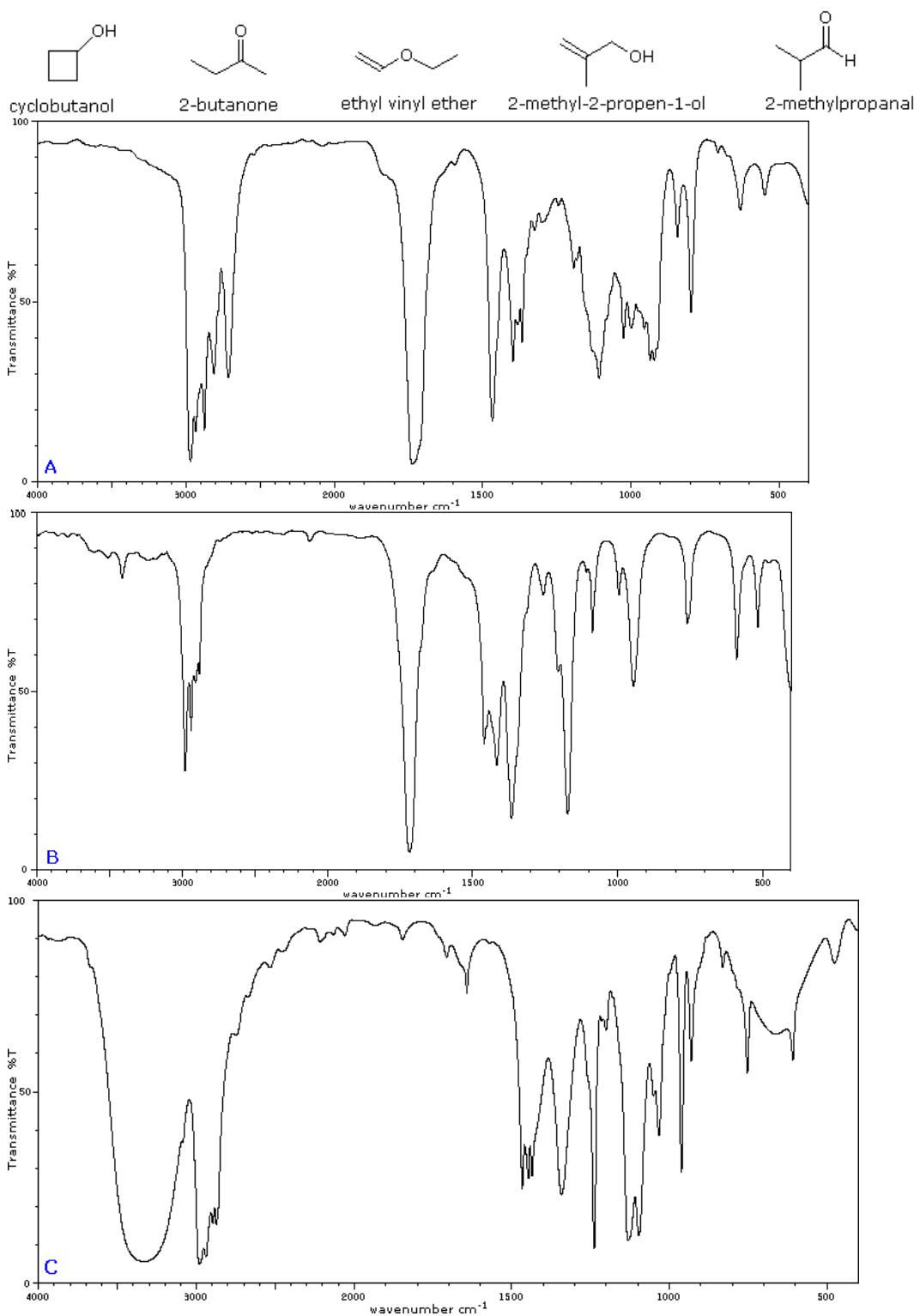


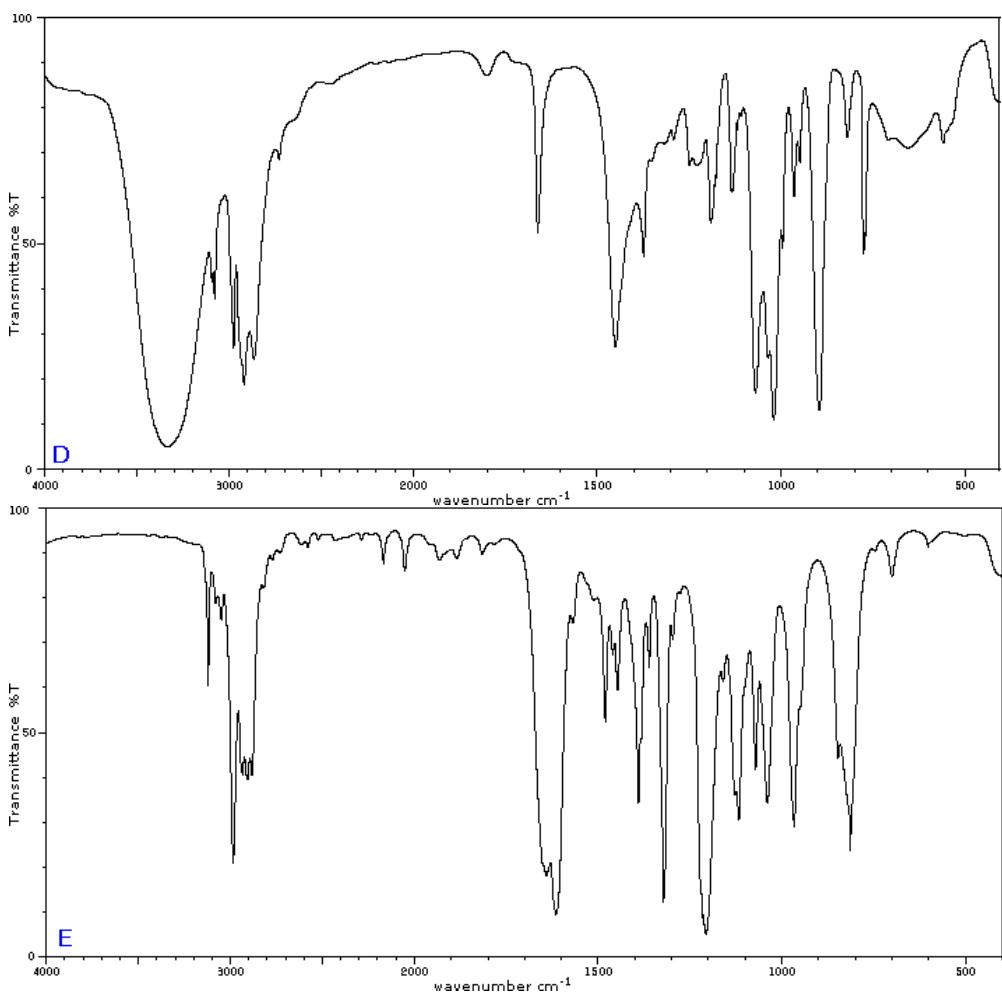
3) В ИК-спектре вещества найдены полосы: 3300, 2950, 2860, 2120, 1465, 1382. Какому соединению соответствует спектр?



4) Соотнесите 5 изомеров с брутто-формулой $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$ с их ИК-спектрами, приведенными ниже.





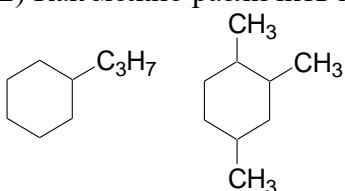


Задание 3. ЯМР-спектроскопия

- 1) Определить тип спиновой системы: пропан, винилхлорид, 1,2-дихлорбензол, 1,1-дихлорпропан, пиридин, о-бромэтилбензоат, п-нитроанизол.
- 2) Изобразить предполагаемый вид спектра: метилэтиловый эфир, 1-иод-1-хлорэтилен, 1,1-дихлорбутанон-2, дифторэтан, 3-хлорбутанон-2, транс-2-бутеновая кислота.
- 3) По брутто-формуле и спектру определить структуру соединения: а) $C_4H_{10}O_2$, д 1.18, с 3.22, к 4.50; б) $C_6H_{13}Cl$, с 1.2, т 2.0, т 3.8; в) $C_2H_6O_3S$, с 3.6; г) $C_3H_7O_2N$, д 1.4, септет 4.6; д) $C_6H_5O_3N$, д 6.4, д 7.5, с 8.4; е) C_4H_9Br , д 1.0, м 2.0, д 3.3; ж) C_3H_6BrI , квинт. 1.8, т 3.55, т 3.65; з) C_4H_7OCl , с 2.2, т 2.9, т 3.7; и) C_7H_9N , с 2.1, с 3.2, д 6.4, д 6.8; к) C_6H_8O , с 1.9, с 5.4 – 3:1.

Задание 4. Масс-спектрометрия

- 1) Объяснить происхождение пиков в масс-спектре электронного удара циануксусного эфира $NC-CH_2-COOEt$: 113, 86, 68, 45, 40, 29, 27.
- 2) Как можно различить по масс-спектрам изомеры?

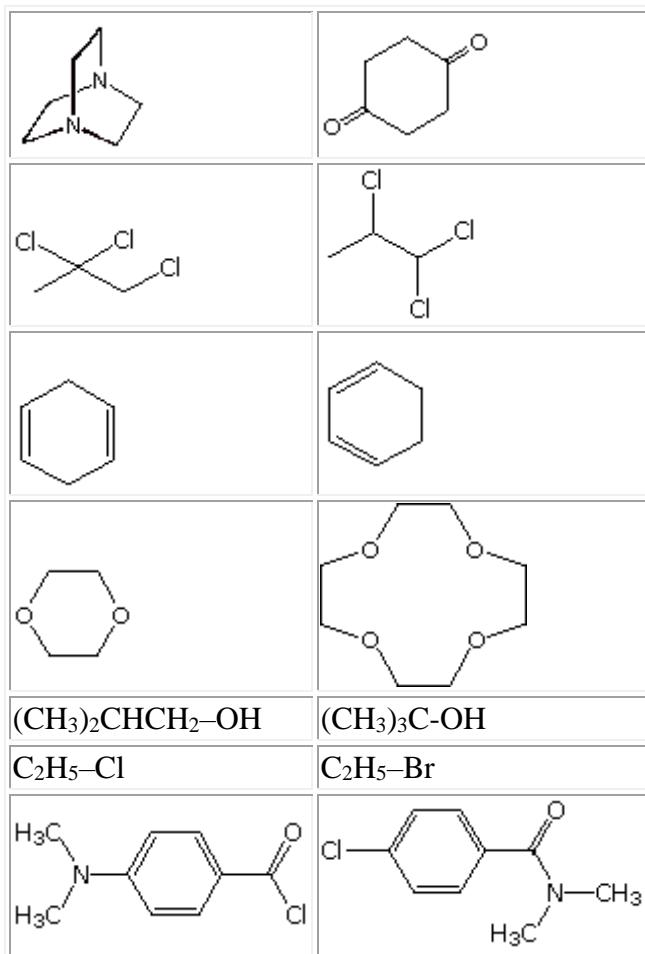


- 3) Какие изотопные пики будут наблюдаться в области молекулярного иона для: C_2H_5BrO , C_{60} , C_6H_4BrCl ? Допустить, что интенсивность молекулярного пика равна 100%. Привести возможные структуры этих соединений.
- 4) Какое из соединений с наибольшей вероятностью в качестве основного пика будет

иметь в спектре пик $m/z = 43$? $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$, $(\text{CH}_3)_3\text{CCH}_2\text{CH}_3$, $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}(\text{CH}_3)_2$, циклогексан.

Задание 5. Комплексное

Какой спектральный метод (УФ, ИК, ЯМР ^1H , масс-спектрометрия) позволит наиболее надежно различить следующие пары соединений? Допустите, что у вас нет второго соединения для прямого сравнения их свойств.



ТЕМЫ РЕФЕРАТОВ

1. ИК- спектроскопия. Особенности метода.
2. УФ- спектроскопия. Специфика метода.
3. Основы теории колебаний.
4. Метод Фурье-ИК спектроскопии.
5. Количественный ИК спектральный анализ.
6. Количественный ИК спектральный анализ.

ВОПРОСЫ К ЗАЧЕТУ

1. УФ. Вид и положение полос поглощения. Электронные переходы, правила отбора.
2. УФ. Законы поглощения света веществом, ограничения.
3. УФ. Образцы. Влияние растворителя и температуры на вид полос поглощения. Хромофоры и ауксохромы.
4. УФ. Ненасыщенные соединения с изолированными и сопряженными связями.
5. УФ. Карбонильные соединения.
6. УФ. Поглощение бензола и его монозамещенных.
7. УФ. Поглощение ди- и полизамещенных бензола. Полосы переноса заряда.

8. УФ. Поглощение ароматических поли- и гетероциклических соединений.
9. Исследование органических соединений с помощью УФ спектроскопии: взаимное расположение хромофоров, цис-транс-изомерия, стерические эффекты.
10. ИК. Типы частот поглощения. Условия характеристичности частот. Типы колебаний и интенсивность полос поглощения.
11. ИК. Зависимость частоты колебаний от массы атомов и кратности связи. Основные области ИК спектра.
12. ИК. Поглощение предельных (в том числе циклических) углеводородов.
13. ИК. Поглощение непредельных углеводородов.
14. ИК. Поглощение ароматических углеводородов и соединений, содержащих группы OH, NO₂, CN и Hal.
15. ИК. Поглощение соединений с C=O группой (кроме амидов).
16. ИК. Поглощение амидов и аминов.
17. Особенности регистрации масс-спектров. Образование молекулярного иона и его фрагментация. Возможности и недостатки масс-спектрометрии.
18. Масс-спектрометрия: молекулярные, изотопные и метастабильные пики.
19. Масс-спектрометрия. Основные закономерности фрагментации органических молекул.
20. Масс-спектрометрия. Общий вид масс-спектра и анализ области молекулярного иона.
21. Спин ядра. Его корреляция с зарядом и массовым числом. Ориентация ядерного спина в магнитном поле.
22. ЯМР. Энергия спиновых состояний. Условие резонанса и его экспериментальное обнаружение.
23. Спектроскопия ЯМР: определение, возможности, особенности, ограничения.
24. ЯМР. Индуцированное и эффективное магнитное поле. Константа экранирования. Абсолютный и относительный химический сдвиг.
25. Закономерности химических сдвигов сигналов ЯМР магнитных изотопов одного и того же элемента. Количество вещества образца. ЯМР других ядер.
26. ЯМР. Химический сдвиг. Эталоны. Разворотка по полю и по частоте. Зависимость химического сдвига от Но.
27. ЯМР. Молекулярные магнитные поля за счет удаленных связей. Взаимодействие электронов через пространство: влияние на химический сдвиг.
28. ЯМР. Влияние структурных особенностей молекулы на химический сдвиг: гибридизация атома углерода, электронное влияние заместителей.
29. ЯМР. Влияние внешних факторов на химический сдвиг: температура, концентрация, кислотность среды, растворитель.
30. Прямое и непрямое спин-спиновое взаимодействие. Причины и объяснение мультиплетности сигналов ЯМР на примере уксусного альдегида.
31. ЯМР. Непрямое спин-спиновое взаимодействие ядер. Знак константы J.
32. ЯМР. Константа спин-спинового взаимодействия. Формула мультиплетности. Границы применимости.
33. ЯМР. Вицинальные и дальние КССВ.
34. ЯМР. Свойства КССВ. 1J и 2J - константы.
35. ЯМР-спектры высших порядков. Признаки. АВ-спектр.
36. ЯМР. Спиновые системы. Спектры 1-ого порядка. AX-спектр.
37. Степень сложности ЯМР-спектров и анализ спектров 1-ого порядка. Ядерный эффект Оверхаузера.
38. ЯМР. Пояснение правила о постоянстве доли суммарной интегральной интенсивности на примере *n*-этоксиацеталида.
39. Динамические эффекты в спектроскопии ЯМР.
40. Способы упрощения ЯМР-спектров. Двойной резонанс. Подавление ССВ.

41. Методы магнитного резонанса. Метод ЭПР. Сущность явления ЭПР. Устройство электроспектрометра. Практическое применение метода.
42. Спектры ЭПР, их основные параметры, g-фактор и константа СТС.
43. Природа сверхтонкой (СТС) и дополнительной сверхтонкой структуры (ДСТС).
44. Эмпирическое правило аддитивности.
45. Анизотропные и изотропные спектры ЭПР и их параметры.

7 ПЕРЕЧЕНЬ ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ПРОЦЕССЕ ОБУЧЕНИЯ

Информационные технологии – обучение в электронной образовательной среде с целью расширения доступа к образовательным ресурсам, увеличения контактного взаимодействия с преподавателем, построения индивидуальных траекторий подготовки, объективного контроля и мониторинга знаний студентов.

В образовательном процессе по дисциплине используются следующие информационные технологии, являющиеся компонентами Электронной информационно-образовательной среды БГПУ:

- Официальный сайт БГПУ;
- Система электронного обучения ФГБОУ ВО «БГПУ»;
- Система тестирования на основе единого портала «Интернет-тестирования в сфере образования www.i-exam.ru»;
- Система «Антиплагиат.ВУЗ»;
- Электронные библиотечные системы;
- Мультимедийное сопровождение лекций и практических занятий.

8 ОСОБЕННОСТИ ИЗУЧЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ ИНВАЛИДАМИ И ЛИЦАМИ С ОГРАНИЧЕННЫМИ ВОЗМОЖНОСТЯМИ ЗДОРОВЬЯ

При обучении лиц с ограниченными возможностями здоровья применяются адаптивные образовательные технологии в соответствии с условиями, изложенными в раздел «Особенности организации образовательного процесса по образовательным программам для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья» основной образовательной программы (использование специальных учебных пособий и дидактических материалов, специальных технических средств обучения коллективного и индивидуального пользования, предоставление услуг ассистента (помощника), оказывающего обучающемуся необходимую техническую помощь и т.п.) с учётом индивидуальных особенностей обучающихся.

9 СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННЫХ РЕСУРСОВ

9.1 Литература

1. Васильева, В.И. Спектральные методы анализа. Практическое руководство / В.И. Васильева, О.Ф. Стоянова, И.В. Шкутина и др., под ред. В.Ф. Селеменева и В.Н. Семенова. – СПб.: изд-во Лань, 2014. – 416 с.
2. Драго, Р.Физические методы в химии: в 2 т. М. : Мир, 1981.
3. Карапетьянц, М.Х. Строение вещества / М.Х. Карапетьянц, С.И. Дракин – М. : Высшая школа, 1978. – 304 с.
4. Конюхов, В. Ю. Методы исследования материалов и процессов : учебное пособие для вузов / В. Ю. Конюхов, И. А. Гоголадзе, З. В. Мурга. – 2-е изд., испр. и доп. – Москва : Издательство Юрайт, 2022. – 179 с. – (Высшее образование). – ISBN 978-5-534-13938-9. –

Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. – URL: <https://urait.ru/bcode/508744> (дата обращения: 22.11.2022).

5. Лебухов, В. И. Физико-химические методы исследования / В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова. – СПб.: изд-во Лань, 2012. – 480 с.

6. Марченко, З. Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе / З. Марченко, М. Бальцежак. – М. : Бином. Лаборатория Знаний, 2007. – 711 с.

7. Отто, М. Современные методы аналитической химии / М. Отто; пер. с нем. Под ред. А.В. Гармаша. – М. : Техносфера, 2008. – 543 с.

8. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с.

9. Руководство по проведению семинарских занятий по физико-химическим методам анализа: метод. указания / сост.: Н.В. Чернявская, А.И. Лыткин, С.В. Душина; под ред. М.И. Базанова; Иван. гос. хим.-технол. ун-т – Иваново, 2010. – 68 с.

10. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб.пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с.

11. Физическая химия. В 2 т.: учебник для студ. Вузов / П.М. Эткинс. М. : Мир, 1980. – 580 с.

12. Физико-химические методы анализа : учебное пособие для вузов / В. Н. Казин [и др.] ; под редакцией Е. М. Плисса. – Москва : Издательство Юрайт, 2022. – 201 с. – (Высшее образование). – ISBN 978-5-534-14964-7. – Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. – URL: <https://urait.ru/bcode/495720> (дата обращения: 22.11.2022).

13. Фларри, Р. Группы симметрии: Теория и химическое приложение. – М.: Мир, 1983. – 352 с.

9.2 Базы данных и информационно-справочные системы

1. Сайт о химии <http://www.xumuk.ru/>
2. Каталог образовательных интернет-ресурсов <http://www.edu.ru>
3. Популярная библиотека химических элементов <http://n-t.ru/ri/ps/>
4. Электронная библиотека по химии <http://www.chem.msu.su/rus/elibrary/>

9.3 Электронно-библиотечные ресурсы

1. ЭБС «Юрайт». - Режим доступа: <https://urait.ru>
2. Полпред (обзор СМИ). - Режим доступа: <https://polpred.com/news>

10 МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ БАЗА

Для проведения занятий лекционного и семинарского типа, групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации используются аудитории, оснащённые учебной мебелью, аудиторной доской, компьютером(рами) с установленным лицензионным специализированным программным обеспечением, коммутатором для выхода в электронно-библиотечную систему и электронную информационно-образовательную среду БГПУ, мультимедийными проекторами, экспозиционными экранами, учебно-наглядными пособиями (таблицы, мультимедийные презентации). Для проведения практических занятий также используется:

Ауд. 331 «А». Лаборатория физических методов исследования

- Стол лабораторный -2-мест. (4шт.)
- Стул (8 шт.)
- Стол преподавателя (1 шт.)
 - Компьютер с установленным лицензионным специализированным программным обеспечением (4 шт.)

- 8 - портовый коммутатор D-Link для выхода в электронно-библиотечную систему и электронную информационно-образовательную среду БГПУ (1 шт.)
 - МФУ «SAMSUNG» (1 шт.)
- Дериватограф STA PT 1000 в комплекте (1 шт.)
- ИК Фурье-спектрометр ФСМ 2202 (1 шт.)
- Рефрактометр лабораторный ИРФ-454Б2М (с подсветкой и доп. шкалой) (1 шт.)
- Тигель платиновый с крышкой; объем 0,12 мл (2 шт.)
- Ультразвуковая ванна (1 шт.)
- Хроматомасс-спектрометр GCMS-QP2010SE с устройством прямого ввода DI-2010 (1 шт.)
- Учебно-наглядные пособия - слайды, таблицы, мультимедийные презентации по учебным дисциплинам
- Штативы для пробирок, нагревательные приборы, лабораторная посуда

Учебно-наглядные пособия - слайды, таблицы, мультимедийные презентации по дисциплине «Физические методы исследования»

Самостоятельная работа студентов организуется в аудиториях оснащенных компьютерной техникой с выходом в электронную информационно-образовательную среду вуза, в специализированных лабораториях по дисциплине, а также в залах доступа в локальную сеть БГПУ, в лаборатории психолого-педагогических исследований и др.

Лицензионное программное обеспечение: операционные системы семейства Windows, Linux; офисные программы Microsoft office, Libreoffice, OpenOffice; Adobe Photoshop, Matlab, DrWeb antivirus и т.д.

Разработчик: Родионова Н.А., кандидат химических наук, доцент кафедры химии.

11 ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ И ДОПОЛНЕНИЙ

Утверждение изменений в РПД для реализации в 2020/2021 уч. г.

РПД обсуждена и одобрена для реализации в 2020/2021 уч. г. на заседании кафедры химии (протокол № 9 от «11» июня 2020 г.). В РПД внесены следующие изменения и дополнения:

№ изменения: 1 № страницы с изменением: 1	
Исключить:	Включить:
МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ	МИНИСТЕРСТВО ПРОСВЕЩЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
№ изменения: 2 № страницы с изменением:	
Исключить:	Включить:

РПД обсуждена и одобрена для реализации в 2021/2022 уч. г. на заседании кафедры химии (протокол № 7 от «14» апреля 2021 г.).

Утверждение изменений и дополнений в РПД для реализации в 2022/2023 уч. г.

РПД пересмотрена, обсуждена и одобрена для реализации в 2022/2023 учебном году на заседании кафедры химии (протокол № 1 от 14 сентября 2022 г.).

В рабочую программу внесены следующие изменения и дополнения:

№ изменения: 2 № страницы с изменением: 28	
	В Раздел 9 внесены изменения в список литературы, в базы данных и информационно-справочные системы, в электронно-библиотечные ресурсы. Указаны ссылки, обеспечивающие доступ обучающимся к электронным учебным изданиям и электронным образовательным ресурсам с сайта ФГБОУ ВО «БГПУ».