

ГОУ ВПО «ДОНЕЦКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Химический факультет

Кафедра биохимии и органической химии



УТВЕРЖДАЮ:

проректор по научно-методической
и учебной работе

Е.И. Скафа

«22» апреля 2020 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ «ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ»

название учебной дисциплины

Специальность:

04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия»

шифр, название специальности

Образовательная программа:

специалитет

Квалификация:

Химик. Преподаватель химии

Форма обучения:

очная

Донецк 2020

УТВЕРЖДАЮ:

Декан химического факультета

Белый А.В.



2020 г.

Программа составлена на основе Федерального государственного образовательного стандарта высшего образования (ФГОС ВО) специальности 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия, утвержденного приказом Министерства образования и науки Российской Федерации от 13 июля 2017 г. № 652; учебного плана и основной образовательной программы специальности 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия, разработанных в ГОУ ВПО «Донецкий национальный университет».

Разработчик:

доцент каф. биохимии и орг. химии

Бахтин С.Г.

Программа учебной дисциплины утверждена на заседании кафедры биохимии и органической химии

Протокол № 10 от «13» апреля 2020 г.

И.о. заведующего кафедрой

Баранова О.В.

Программа учебной дисциплины одобрена учебно-методической комиссией химического факультета

Протокол № 3 от «15» апреля 2020 г.

Председатель учебно-методической комиссии факультета

Яблочкова Н.В.

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ И МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В УЧЕБНОМ ПРОЦЕССЕ

Дисциплина «Физические методы исследования» входит в базовую часть профессионального блока подготовки специалистов по специальности 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия».

Изучение данного курса базируется на материале предшествующих дисциплин, а именно различных разделов курсов «Физика» (механика, оптика, колебания и волны, электричество и магнетизм, статическая физика), «Аналитическая химия», «Органическая химия», «Физическая химия», «Квантовая химия». В свою очередь, данная дисциплина активизирует фундаментальные знания студентов-химиков по физике, математике, статистике и информатике, способствует более глубокому пониманию идей квантовой теории строения вещества. Практические навыки определения структуры органических молекул по спектральным характеристикам необходимы студентам при выполнении выпускной квалификационной работы и самостоятельных научных исследований.

2. СТРУКТУРА ДИСЦИПЛИНЫ

<i>Характеристика учебной дисциплины</i>		
Специальность	04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия»	
Специализация	-	
Образовательная программа	специалитет	
Квалификация	Химик. Преподаватель химии	
Количество содержательных модулей	2 содержательных модуля, 4 темы	
Дисциплина базовой / вариативной части образовательной программы	Дисциплина базовой части проф. блока	
Формы контроля (МК, экзамен, зачет)	модульный контроль, экзамен	
Показатели	очная форма обучения	заочная форма обучения
Количество зачетных единиц (кредитов)	4	
Год подготовки	4	
Семестр	7	
Количество часов	144	
- лекционных	28	
- практических, семинарских		
- лабораторных	28	
- самостоятельной работы	88	
в т.ч. индивидуальное задание		
Недельное количество часов,	10.3	
в т.ч. аудиторных	4	

3. ОПИСАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Цели и задачи

Цель – сформировать у студентов навыки и умения расшифровки спектров (УФ, ИК, ЯМР, масс-) и установления структуры органических соединений.

Задачи:

изучить теоретические основы физико-химических методов установления структуры органических соединений, включая масс-спектрометрию, электронную (УФ) и колебательную (ИК) спектроскопию, спектроскопию ядерного магнитного резонанса на ядрах ^1H и ^{13}C ;

обеспечить умение предсказывать спектральные характеристики органических веществ заданной структуры (прямая задача курса);

сформировать навыки расшифровки масс-спектров, ИК- и УФ-спектров, спектров ЯМР ^1H и ЯМР ^{13}C (обратная задача курса);

научить устанавливать строение соединений на основе использования комплекса спектральных данных.

Требования к результатам освоения дисциплины. Процесс изучения дисциплины «Физические методы исследования» направлен на формирование элементов следующих компетенций в соответствии с ФГОС ВО РФ специальности 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия» и основной образовательной программы высшего образования специальности 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия»:

а) универсальных (УК):

- способность осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, вырабатывать стратегию действий (УК-1);
- способность применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном(ых) языке(ах), для академического и профессионального взаимодействия (УК-4);
- способность определять и реализовывать приоритеты собственной деятельности и способы ее совершенствования на основе самооценки и образования в течение всей жизни (УК-6);

б) общепрофессиональных (ОПК):

- способность анализировать, интерпретировать и обобщать результаты экспериментальных и расчетнотеоретических работ химической направленности (ОПК-1);
- способность проводить химический эксперимент с использованием современного оборудования, соблюдая нормы техники безопасности (ОПК-2);
- способность применять расчетно-теоретические методы для изучения свойств веществ и процессов с их участием, используя современное программное обеспечение и базы данных профессионального назначения (ОПК-3);
- способность планировать работы химической направленности, обрабатывать и интерпретировать полученные результаты с использованием теоретических знаний и практических навыков решения математических и физических задач (ОПК-4);
- способность использовать информационные базы данных и адаптировать существующие программные продукты для решения задач профессиональной деятельности с учетом основных требований информационной безопасности (ОПК-5);
- способность представлять результаты профессиональной деятельности в устной и письменной форме в соответствии с нормами и правилами, принятыми в профессиональном сообществе (ОПК-6).

в) профессиональных компетенций (ПК):

- способен проводить сбор, обработку, анализ и обобщение результатов экспериментов и исследований в различных областях химии, химической технологии и смежных наук (ПК-1);
- способен внедрять результаты исследований и разработок в соответствии с установленными полномочиями (ПК-3);

- способен проводить научные исследования, совершенствовать и разрабатывать теории и методы изучения химических процессов, осуществлять практическое применение полученных знаний и результатов в различных отраслях экономики (промышленности, сельском хозяйстве и др.), связанных с переработкой сырья, полуфабрикатов, промышленных отходов, получением и совершенствованием различных веществ, материалов, разработкой и улучшением технологических процессов (ПК-4);
- способен к проведению опытов, испытаний и анализов с целью изучения состава, строения, свойств и процессов превращений веществ, энергетических и химических изменений в различных натуральных или искусственных веществах, сырье и изделиях (ПК-5);
- способен на разработку методик проведения контроля качества для изготовителей и потребителей химической продукции (ПК-6);
- способен осуществлять научное руководство работами в соответствии с планом работы структурного подразделения, формировать их конечные цели и предполагаемые результаты (ПК-7);
- способен осуществлять контроль выполнения предусмотренных планом заданий, контроль качества проведения работ, выполненных работниками подразделения и соисполнителями (ПК-8);
- способен применять актуальную нормативную документацию в соответствующей области знаний (ПК-9).

В результате изучения учебной дисциплины студент должен:

знать основы методов ультрафиолетовой, инфракрасной спектроскопии, спектроскопии ядерного магнитного резонанса (на ядрах ^1H и ^{13}C) и масс-спектрометрии;

уметь проводить структурный анализ органических соединений по данным УФ, ИК, ЯМР и масс-спектрометрии; осуществлять поиск необходимой спектральной информации в литературе;

владеть навыками работы и основными практическими приемами расшифровки спектров органических соединений и установления их структуры.

4. СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ И ФОРМЫ ОРГАНИЗАЦИИ УЧЕБНОГО ПРОЦЕССА

Порядковый номер и тема	Краткое содержание темы
<i>Содержательный модуль 1</i>	
Тема 1. Введение. Общая характеристика физических методов исследования. Методы определения молекулярной формулы и информация, получаемая из нее. Масс-спектрометрия	Возникновение и развитие физических методов исследования строения органических соединений. Спектроскопические методы. Комплексное использование спектроскопических методов в целях идентификации веществ и установления их химического строения. Молекулярная формула, методы ее определения. Формальная неопределенность. Масс-спектрометрия. Физические основы метода: принцип работы масс-спектрометра, образование масс-спектра, основное уравнение масс-спектрометрии, типы регистрируемых ионов (молекулярные, осколочные, метастабильные, многозарядные). Определение молекулярной брутто-формулы по масс-спектру: метод точного измерения масс молекулярных ионов, метод измерения интенсивностей пиков ионов, изотопных молекулярному иону. Масс-спектрометрические правила: азотное, «четно-электронное», затрудненный разрыв связей, прилежащих к

	<p>ненасыщенным системам. Основные типы реакций распада органических соединений под электронным ударом. Установление строения органических соединений: метод функциональных групп, метод характеристических значений m/z. Основные направления фрагментации органических соединений под электронным ударом (углеводородов и их галогенпроизводных, спиртов, фенолов, простых эфиров, альдегидов, кетонов, аминов, карбоновых кислот и их производных). Понятие о методе химической ионизации и хроматомасс-спектрометрии. Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектру низкого разрешения.</p>
<p>Тема 2. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса</p>	<p>Физические основы метода: магнитные свойства ядер, основное уравнение ядерного магнитного резонанса. Принцип работы ЯМР спектрометра. Анализ спектров ядерного магнитного резонанса ядер со спиновым квантовым числом $I=1/2$. Химическая и магнитная эквивалентность ядер, номенклатура ядерных систем Поппа: A_2, AX, AB и A_2B системы, спектры первого и второго порядка, основные правила анализа спектров первого порядка, расшифровка простейших спектров второго порядка, приемы упрощения сложных спектров. Спектроскопия протонного магнитного резонанса: шкала химических сдвигов протонов, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов; константы спин-спинового взаимодействия J_{HH}. Спектроскопия углеродного магнитного резонанса: шкала химических сдвигов ядер ^{13}C, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов, константы спин-спинового взаимодействия J_{C-H}, полное и частичное подавление спин-спинового взаимодействия ядер ^{13}C и протонов. Ядерный эффект Оверхаузера. Понятие о спектроскопии ядерного магнитного резонанса динамических систем (обменные процессы). Двумерная спектроскопия ЯМР. Примеры структурного анализа органических соединений по спектрам ПМР и ЯМР ^{13}C.</p>
Содержательный модуль 2	
<p>Тема 3. Методы оптической спектроскопии. Электронная УФ спектроскопия. Колебательная ИК-спектроскопия</p>	<p>УФ-спектроскопия. Физические основы метода: электронные состояния молекул, классификация электронных переходов в молекулах, правила отбора. Взаимосвязь электронных спектров и структуры органических молекул: хромофоры и ауксохромы, сопряжение хромофоров, неспецифическое и специфическое влияние растворителей, батохромный и гипсохромный сдвиги, гипсохромный и гиперхромный эффекты, классификация полос поглощения в электронных спектрах. Избирательное поглощение важнейших ауксохромных и хромофорных групп: насыщенные гетероатомные ауксохромы, карбонильный хромофор, диеновый хромофор, еноновый хромофор, бензольный хромофор, правила Вудворда-Физера. Принцип работы УФ спектрофотометра. Условия измерения УФ спектров. Примеры структурного анализа ненасыщенных органических соединений по спектру поглощения в ближней области УФ спектра.</p> <p>ИК-спектроскопия. Физические основы метода: частота и интенсивность поглощения в колебательных спектрах двухатомных молекул, основные колебания многоатомных молекул. Взаимосвязь инфракрасных спектров и структуры органических молекул.</p>

Содержательный модуль 1											
Названия содержательных модулей и тем	Количество часов										
	Очная форма обучения						Заочная форма обучения				
	всего	в т.ч.					всего	в т.ч.			
		лекции	практические	лабораторные	самостоятельная работа	индивидуальная работа		лекции	практические	лабораторные	самостоятельная работа
Тема 1. Введение. Общая характеристика физических методов исследования. Методы определения молекулярной формулы и информация, получаемая из нее. Масс-спектрометрия	14	2		2	10						
Тема 2. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса	70	14		16	40						
Итого по содержательному модулю 1	84	16		18	50						
Содержательный модуль 2											
Названия содержательных	Количество часов										

модулей и тем	Очная форма обучения						Заочная форма обучения					
	всего	В Т.Ч.					всего	В Т.Ч.				
		лекции	практические	лабораторные	самостоятельная работа	индивидуальная работа		лекции	практические	лабораторные	самостоятельная работа	индивидуальная работа
Тема 3. Методы оптической спектроскопии. Электронная спектроскопия. Колебательная спектроскопия УФ-ИК-	36	10		6	20							
Тема 4. Комплексное применение физических методов исследования	24	2		4	18							
Итого по содержательному модулю 2	60	12		10	38							

5. МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ЛЕКЦИОННЫХ, ПРАКТИЧЕСКИХ И ЛАБОРАТОРНЫХ ЗАНЯТИЙ

Темы лекционных занятий

№ п/п	Название темы	Количество часов
1	Возникновение и развитие физических методов исследования строения органических соединений. Спектроскопические методы. Молекулярная формула, методы ее определения. Формальная неопределенность.	2
2	Спектроскопия ЯМР. Физические основы метода: магнитные свойства ядер, основное уравнение ядерного магнитного резонанса. Принцип работы ЯМР спектрометра.	2
3	Спектроскопия протонного магнитного резонанса (ПМР). Шкала химических сдвигов протонов, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов. Химическая эквивалентность ядер.	2
4	Мультиплетность сигнала в спектре ПМР. Константа спин-спинового взаимодействия (КССВ) J_{HH} и факторы, влияющие на ее величину. Информация о структуре вещества, получаемая на основании значений КССВ. Номенклатура ядерных систем Поппа. Спектры первого и второго порядка. Магнитная эквивалентность ядер.	2
5	Комплексное расщепление в спектрах ПМР (мультиплеты мультиплетов). Анализ мультиплетов мультиплетов при помощи	4

	диаграмм расщепления (алгоритм Манна).	
6	Спектроскопия углеродного магнитного резонанса: шкала химических сдвигов ядер ^{13}C , их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов.	2
7	Мультиплетность сигналов ЯМР ^{13}C и константы спин-спинового взаимодействия $J_{\text{C-H}}$, полное и частичное подавление спин-спинового взаимодействия ядер ^{13}C и протонов. Ядерный эффект Оверхаузера. Спектры DEPT.	2
8	ИК-спектроскопия. Физические основы метода: частота и интенсивность поглощения в колебательных спектрах двухатомных молекул, основные колебания многоатомных молекул. Взаимосвязь инфракрасных спектров и структуры органических молекул: валентные и деформационные колебания, характеристичность колебаний и ее физические причины.	2
9	Характеристическое поглощение важнейших структурных фрагментов и функциональных групп органических соединений: C–C, C=C, C≡C, $\text{C}_{\text{аром}}-\text{C}_{\text{аром}}$, $\text{C}_{\text{sp}^3}-\text{H}$, $\text{C}_{\text{sp}^2}-\text{H}$, $\text{C}_{\text{sp}}-\text{H}$, C–O, C–N, O–H, N–H, S–H, C=O, CHO, COOH, COOR, COHal, NO_2 , C≡N. Структурные области ИК спектра. Принципы отнесения полос поглощения. Последовательность проведения структурного анализа. Количественная ИК спектроскопия. Принцип работы ИК спектрофотометра. Условия измерения ИК спектров. Примеры структурного анализа органических соединений по ИК спектру (область $4000 - 650 \text{ см}^{-1}$).	4
10	УФ-спектроскопия. Физические основы метода: электронные состояния молекул, классификация электронных переходов в молекулах, правила отбора. Взаимосвязь электронных спектров и структуры органических молекул: хромофоры и ауксохромы, сопряжение хромофоров, неспецифическое и специфическое влияние растворителей, батохромный и гипсохромный сдвиги, гипохромный и гиперхромный эффекты, классификация полос поглощения в электронных спектрах.	2
11	Избирательное поглощение важнейших ауксохромных и хромофорных групп: насыщенные гетероатомные ауксохромы, карбонильный хромофор, диеновый хромофор, еноновый хромофор, бензольный хромофор, правила Вудворда-Физера. Принцип работы УФ спектрофотометра. Условия измерения УФ спектров. Примеры структурного анализа ненасыщенных органических соединений по спектру поглощения в ближней области УФ спектра.	2
12	Комплексное использование спектроскопических методов в целях идентификации веществ и установления их химического строения.	2
	ВСЕГО	28

Темы лабораторных работ

<i>№ п/п</i>	<i>Название темы</i>	<i>Количество часов</i>
1	Установление брутто-формулы соединения исходя из интенсивностей пиков изотопных ионов в масс-спектре низкого разрешения. Правила фрагментации молекулярных ионов основных классов органических соединений.	2
2	Анализ и установление структуры органических соединений по простейшим спектрам ЯМР ^1H	6
3	Константа спин-спинового взаимодействия, ее измерение и информация, получаемая из нее.	2
4	Комплексное расщепление. Алгоритм Манна обработки сложных мультиплетов	4
5	Совместное использование спектров ПМР и ЯМР ^{13}C для идентификации органических соединений	4
6	Определение наличия функциональных групп в структуре органических соединений по ИК спектрам	4
7	Расчет максимума полосы поглощения с использованием правил Вудворда-Физера. Определение наличия сопряженных фрагментов в структуре органических соединений по УФ спектрам.	2
8	Определение структуры соединения по данным масс-, ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии.	4
	ВСЕГО	28

6. МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОРГАНИЗАЦИИ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ СТУДЕНТОВ

Организация самостоятельной работы студентов

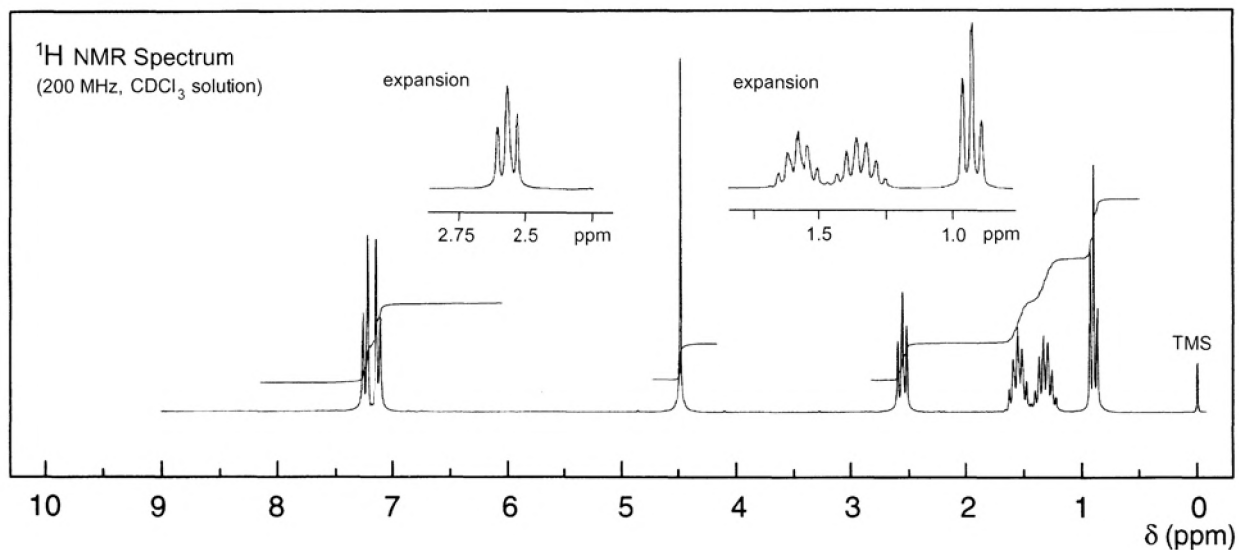
Самостоятельная работа студентов по курсу «Физические методы исследования веществ» обеспечивается за счет выполнения вариантов домашних упражнений (5 домашних заданий), работы с имеющимися в наличии сборниками задач по спектральным методам исследования, поиска необходимой при расшифровке спектров информации в сети Интернет в соответствующих спектральных базах данных.

<i>№ п/п</i>	<i>Название темы</i>	<i>Количество часов</i>
1	Введение. Общая характеристика физических методов исследования. Методы определения молекулярной формулы и информация, получаемая из нее. Масс-спектрометрия	10
2	Спектроскопия ядерного магнитного резонанса на ядрах ^1H и ^{13}C	40
3	Методы оптической спектроскопии. Электронная УФ-спектроскопия. Колебательная ИК-спектроскопия	20
4	Комплексное применение физических методов исследования	18
	ВСЕГО	88

7. ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ЗАДАНИЯ

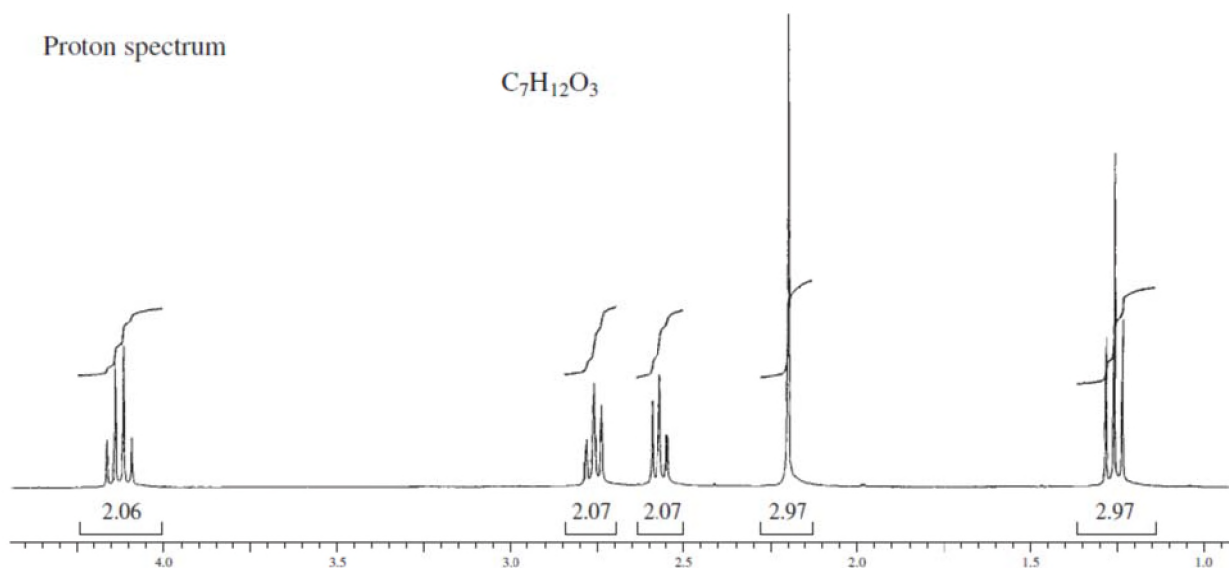
Образец индивидуального задания по ЯМР ^1H спектроскопии

Определите структурную формулу вещества $\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{Cl}$ по его ЯМР ^1H спектру:



Образец индивидуального задания по ЯМР ^{13}C спектроскопии

Установить строение вещества $\text{C}_7\text{H}_{12}\text{O}_3$ по представленным спектрам ЯМР ^1H и ^{13}C :

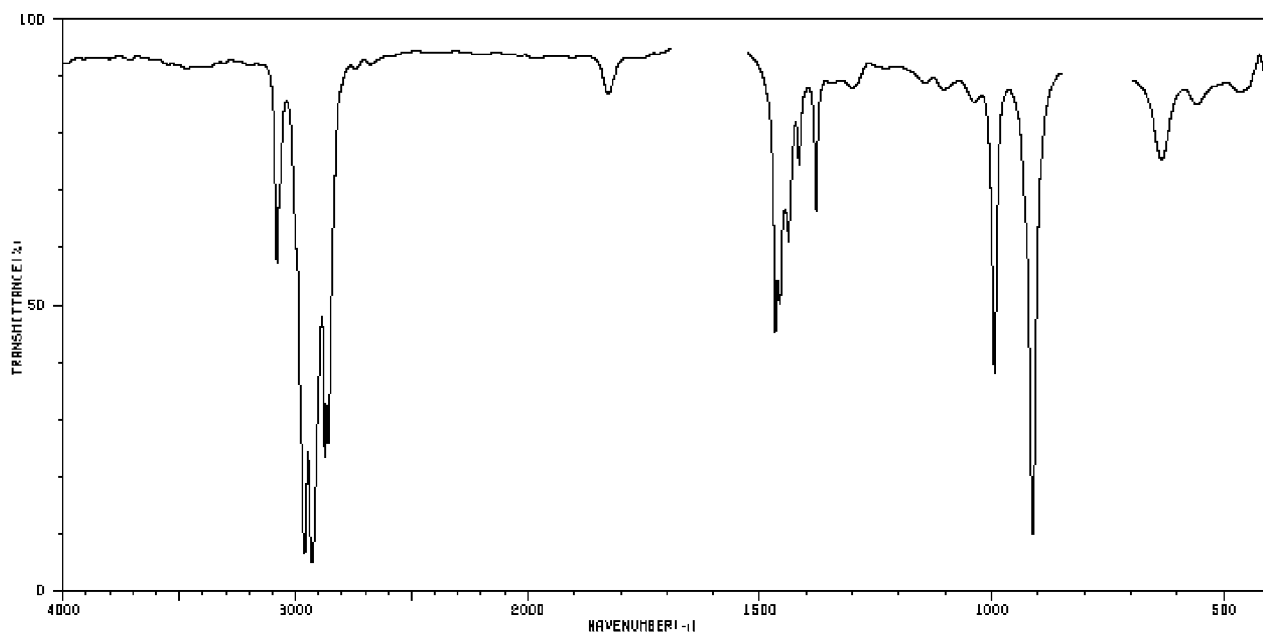


δ_{C} , м.д.	DEPT-135	DEPT-90
14	положительный	нет пика
28	отрицательный	нет пика
30	положительный	нет пика
38	отрицательный	нет пика
61	отрицательный	нет пика
173	нет пика	нет пика
207	нет пика	нет пика

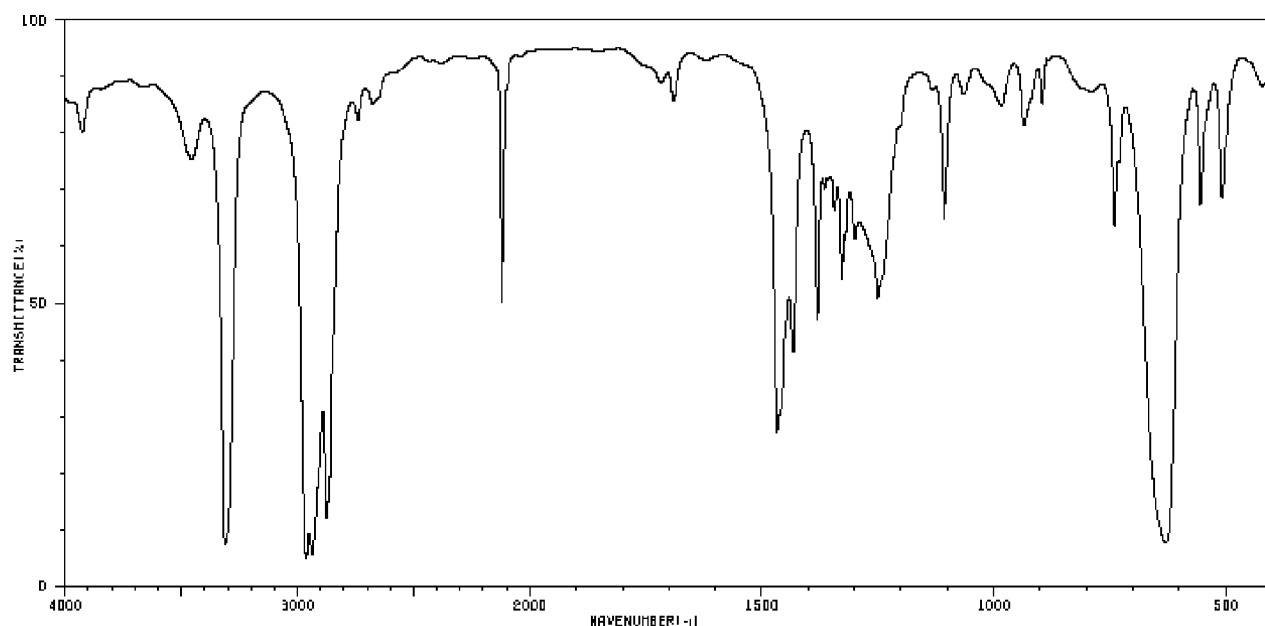
Образец индивидуального задания по ИК-спектроскопии

На рисунке приведены ИК-спектры (I – III) н-гексана (A), гексена-1 (B) и гексина-1 (C). Проведите соотнесение спектров со структурой каждого соединения. Укажите характеристические частоты.

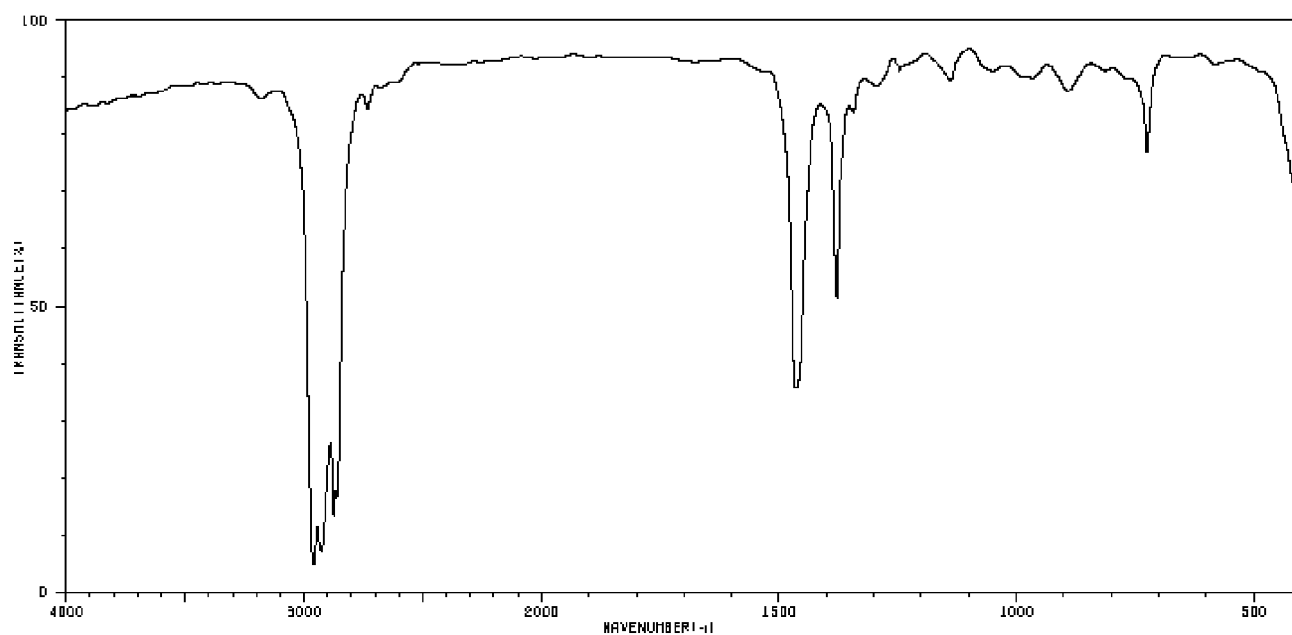
I



II

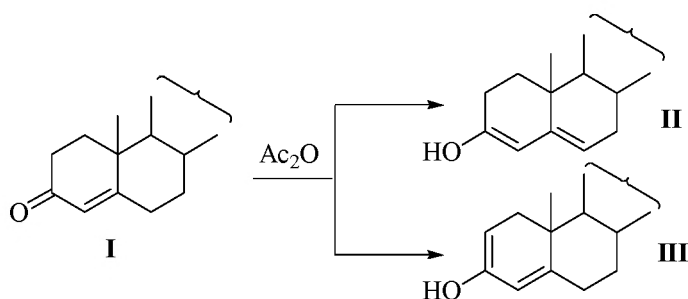


III



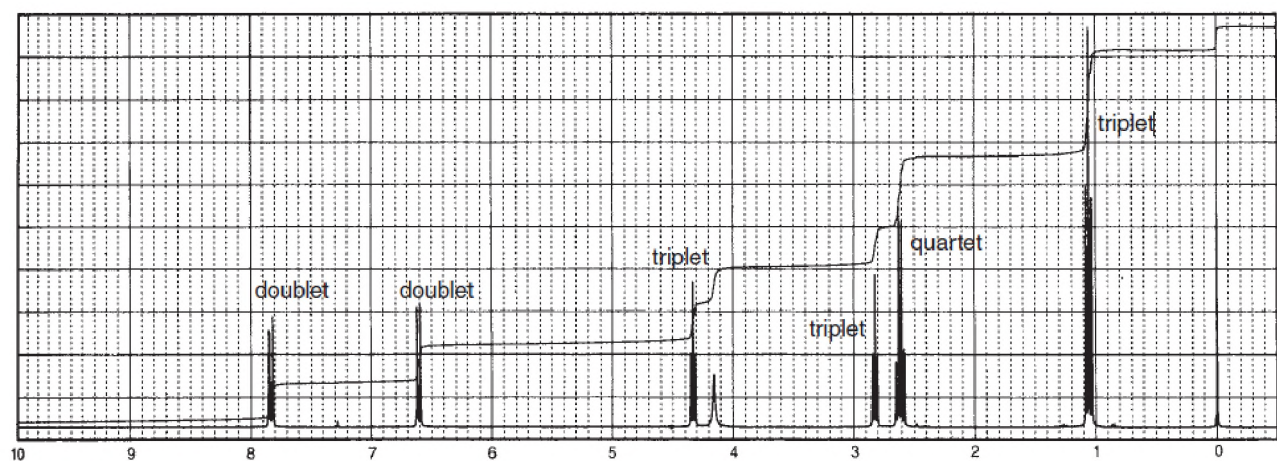
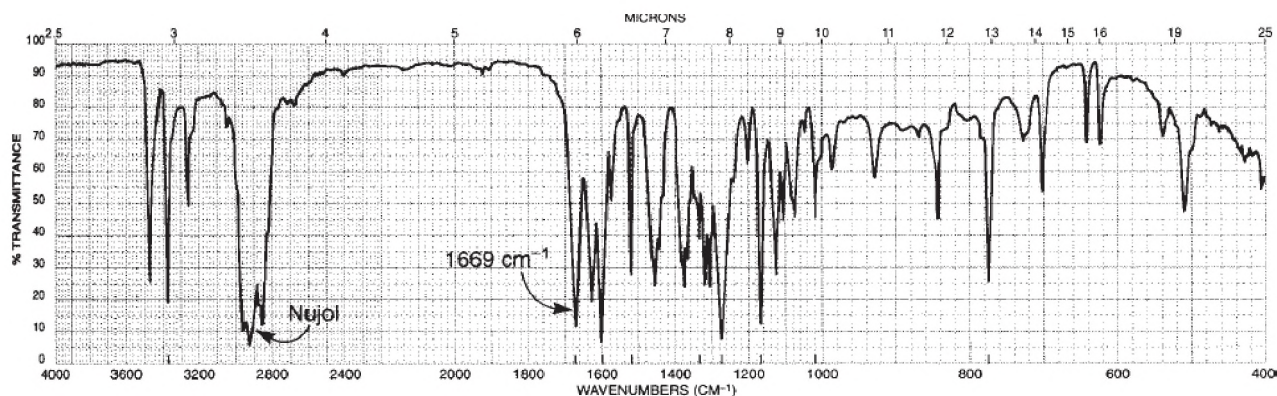
Образец индивидуального задания по УФ-спектроскопии

4-Холестен-3-он (I) образует ацетат енольной формы с λ_{max} 238 нм. Определите, какую структуру имеет ацетат (II/III), рассчитав λ_{max} с использованием правил Вудворда-Физера.



Образец индивидуального задания по совместному применению спектральных методов

Анестетик новокаин имеет брутто-формулу $\text{C}_{13}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2$. В его ЯМР ^1H спектре два триплета при δ 2.8 и 4.3 м.д. характеризуются КССВ 6 Гц; триплет при 1.2 м.д. и квартет при 2.6 м.д. имеют КССВ 7 Гц. ИК-спектр препарата зарегистрирован в вазелиновом масле. Определите структурную формулу новокаина.



δ в ЯМР ^{13}C , м.д.	DEPT-135	DEPT-90
12	положительный	нет пика
48	отрицательный	нет пика
51	отрицательный	нет пика
63	отрицательный	нет пика
114	положительный	положительный
120	нет пика	нет пика

132	положительный	положительный
151	нет пика	нет пика
167	нет пика	нет пика

8. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ К ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ

1. Масс-спектрометрия. Физические основы метода: принцип работы масс-спектрометра, его разрешающая сила, образование масс-спектра, основное уравнение масс-спектрометрии, типы регистрируемых ионов (молекулярные, осколочные, метастабильные, многозарядные).

2. Определение молекулярной брутто-формулы по масс-спектру: метод точного измерения масс молекулярных ионов, метод измерения интенсивностей пиков ионов, изотопных молекулярному иону.

3. Качественные теории масс-спектрометрии органических соединений: теория локализации заряда, теория устойчивости продуктов фрагментации.

4. Масс-спектрометрические правила: азотное, «четно-электронное», затрудненный разрыв связей, прилежащих к ненасыщенным системам.

5. Основные типы реакций распада органических соединений под электронным ударом: простой разрыв связей (α -разрыв, бензильный и аллильный разрывы), ретро-реакция Дильса-Альдера, перегруппировка Мак-Лафферти, скелетные перегруппировки, ониеые реакции. Термические реакции в масс-спектрометре.

6. Установление строения органических соединений: метод функциональных групп, метод характеристических значений m/z . Основные направления фрагментации органических соединений под электронным ударом (углеводородов и их галогенпроизводных, спиртов, фенолов, простых эфиров, альдегидов, кетонов, аминов, карбоновых кислот и их производных).

7. Понятие о методе химической ионизации и хроматомасс-спектрометрии.

8. Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектру низкого разрешения.

9. УФ-спектроскопия. Физические основы метода: электронные состояния молекул, классификация электронных переходов в молекулах, правила отбора.

10. Взаимосвязь электронных спектров и структуры органических молекул: хромофоры и ауксохромы, сопряжение хромофоров, неспецифическое и специфическое влияние растворителей, батохромный и гипсохромный сдвиги, гипсохромный и гиперхромный эффекты.

11. Классификация полос поглощения в электронных спектрах. Избирательное поглощение важнейших ауксохромных и хромофорных групп: насыщенные гетероатомные ауксохромы, карбонильный хромофор, диеновый хромофор, еноновый хромофор, бензольный хромофор.

12. Правила Вудворда-Физера.

13. Принцип работы УФ спектрофотометра. Условия измерения УФ спектров.

14. Примеры структурного анализа ненасыщенных органических соединений по спектру поглощения в ближней области УФ спектра.

15. ИК-спектроскопия. Физические основы метода: частота и интенсивность поглощения в колебательных спектрах двухатомных молекул, основные колебания многоатомных молекул.

16. Взаимосвязь инфракрасных спектров и структуры органических молекул: валентные и деформационные колебания, характеристичность колебаний и ее физические причины, факторы, вызывающие сдвиг полос поглощения и изменение их интенсивности.

17. Характеристическое поглощение важнейших структурных фрагментов и функциональных групп органических соединений: C–C, C=C, C \equiv C, C_{аром}–C_{аром}, C_{sp3}–H, C_{sp2}–H, C_{sp}–H, C–O, C–N, O–H, N–H, S–H, C=O, CHO, COOH, COOR, COHal, NO₂, C \equiv N

18. Структурные области ИК спектра. Принципы отнесения полос поглощения. Последовательность проведения структурного анализа.

19. Количественная ИК спектроскопия.

20. Принцип работы ИК спектрофотометра. Условия измерения ИК спектров. Примеры структурного анализа органических соединений по ИК спектру (область 4000 – 650 см^{-1}).

21. Спектроскопия ЯМР. Физические основы метода: магнитные свойства ядер, основное уравнение ядерного магнитного резонанса, взаимодействия магнитных моментов ядер (тонкая и сверхтонкая структура сигналов ядер).

22. Выбор резонансного ядра при изучении строения органических соединений. Принцип работы ЯМР спектрометра. Анализ спектров ядерного магнитного резонанса ядер со спиновым квантовым числом $I=1/2$: химическая и магнитная эквивалентность ядер, номенклатура ядерных систем, A_2 , AX , AB и A_2B системы, индекс связывания, спектры первого и второго порядка, основные правила анализа спектров первого порядка, расшифровка простейших спектров второго порядка, приемы упрощения сложных спектров.

23. Спектроскопия протонного магнитного резонанса: шкала химических сдвигов протонов, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов; константы спин-спинового взаимодействия J_{H-H} .

24. Спектроскопия углеродного магнитного резонанса: шкала химических сдвигов ядер ^{13}C , их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов, константы спин-спинового взаимодействия J_{C-H} , полное и частичное подавление спин-спинового взаимодействия ядер ^{13}C и протонов.

25. Ядерный эффект Оверхаузера. Понятие о спектроскопии ядерного магнитного резонанса динамических систем (обменные процессы).

26. Примеры структурного анализа органических соединений по спектрам ПМР и ЯМР ^{13}C .

27. Совместное использование масс-спектрометрии, УФ, ИК, ПМР и ЯМР ^{13}C спектроскопии. Особенности структурного анализа органических соединений при совместном использовании спектральных методов.

28. Алгоритм структурного анализа. Примеры решения задач структурного анализа, имеющих различную степень сложности.

9. ОБРАЗЕЦ МОДУЛЬНОГО КОНТРОЛЯ

(образец варианта и критерии оценивания)

ГОУ ВПО «ДОНЕЦКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Факультет химический

Специальность: 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия»

Профиль: _____

Программа подготовки: специалитет

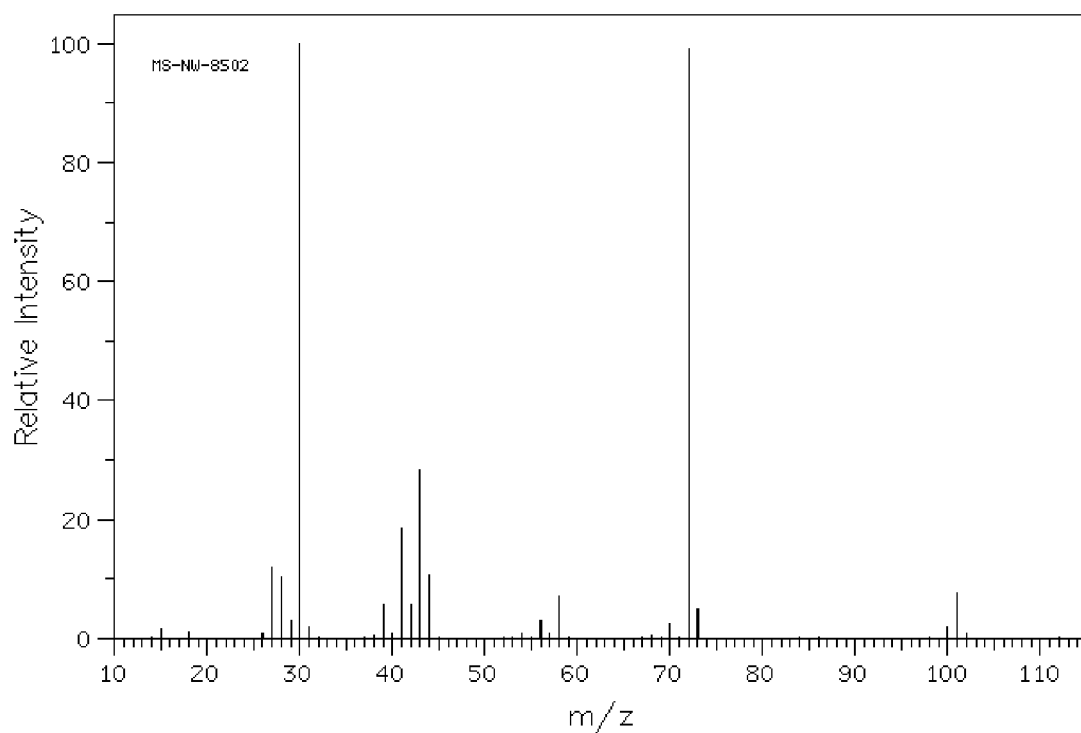
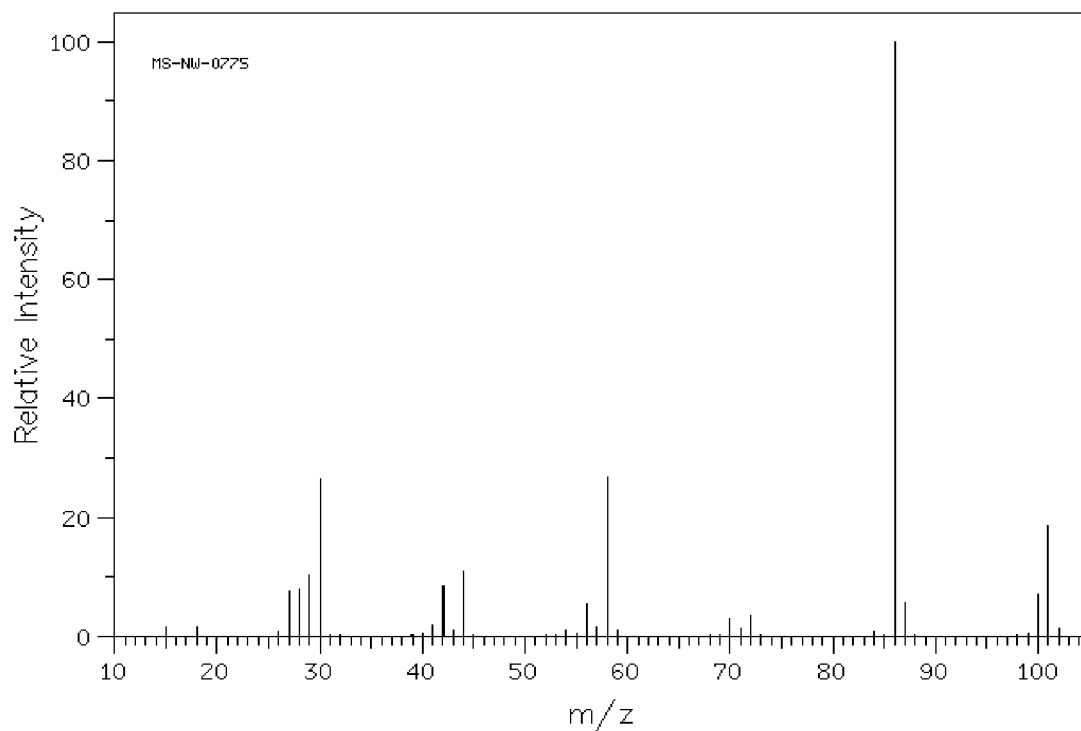
Семестр 7

Учебная дисциплина «Физические методы исследования»

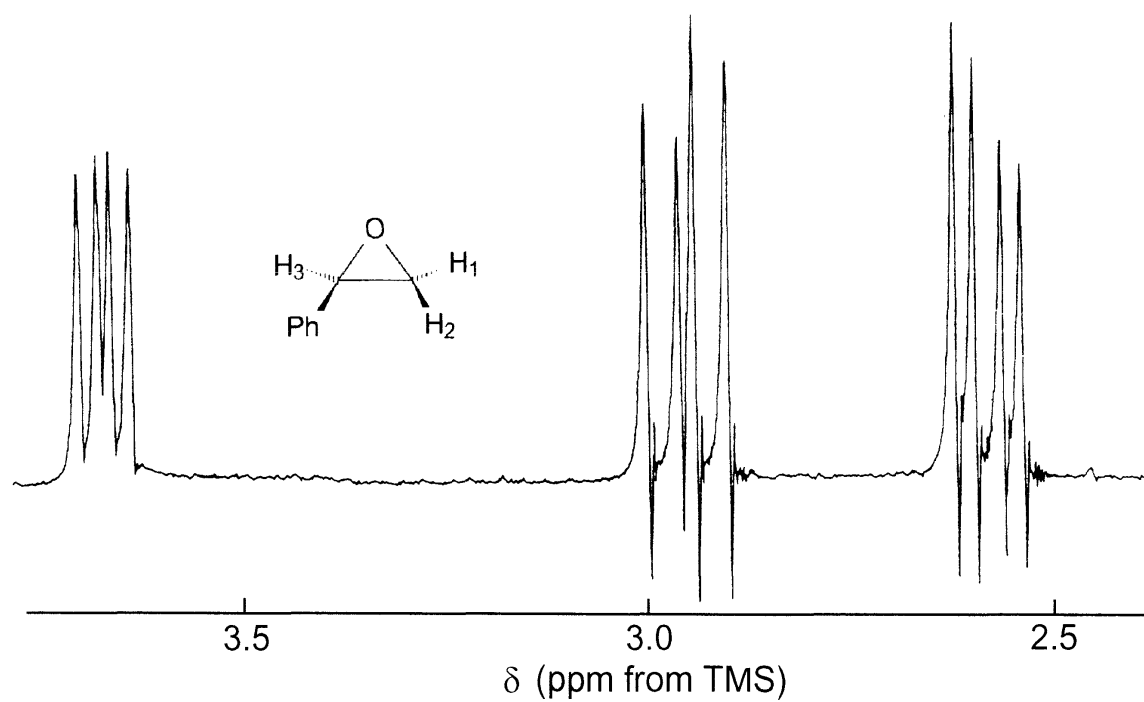
МОДУЛЬНАЯ КОНТРОЛЬНАЯ РАБОТА

ВАРИАНТ №1

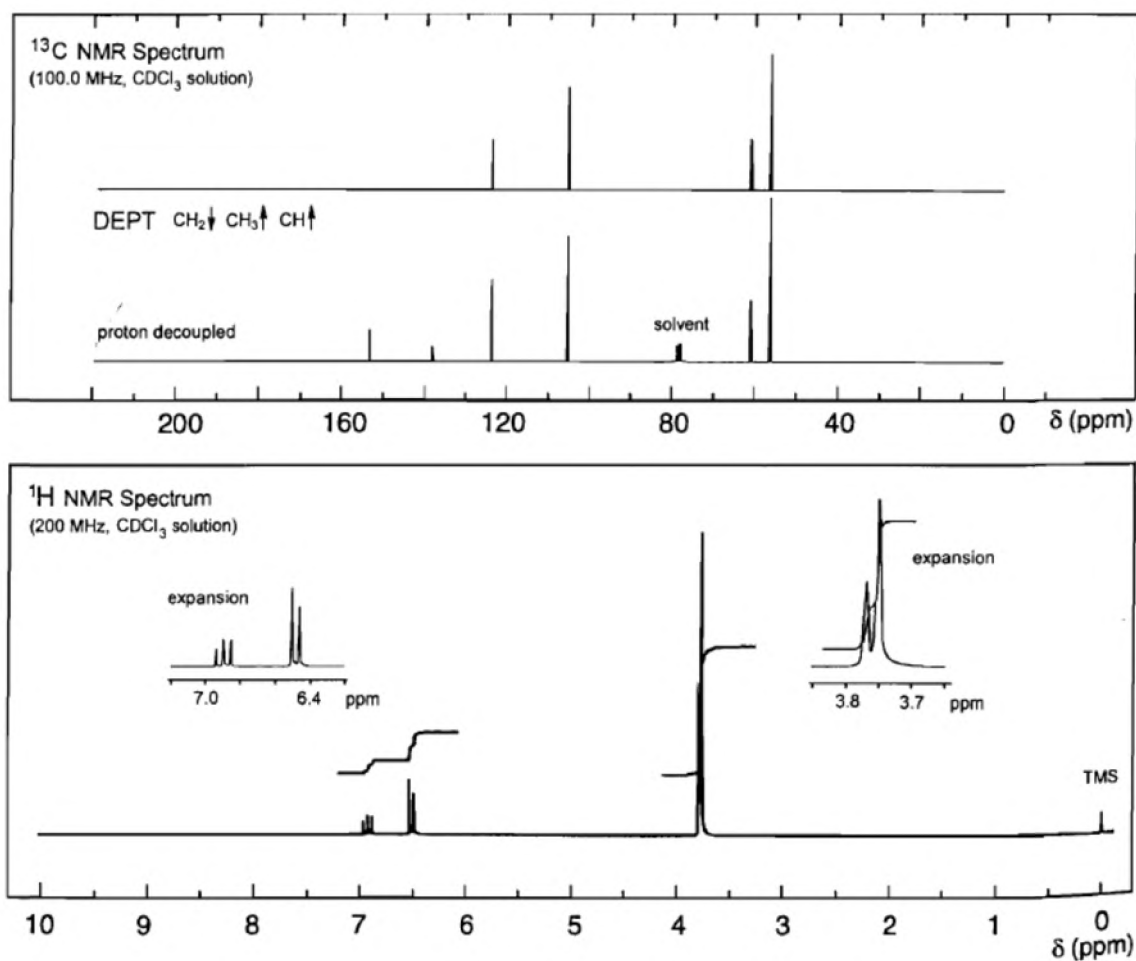
1. На рисунках приведены масс-спектры дипропиламина и триэтиламина. Соотнести спектр с конкретным веществом. Показать ключевые направления фрагментации.



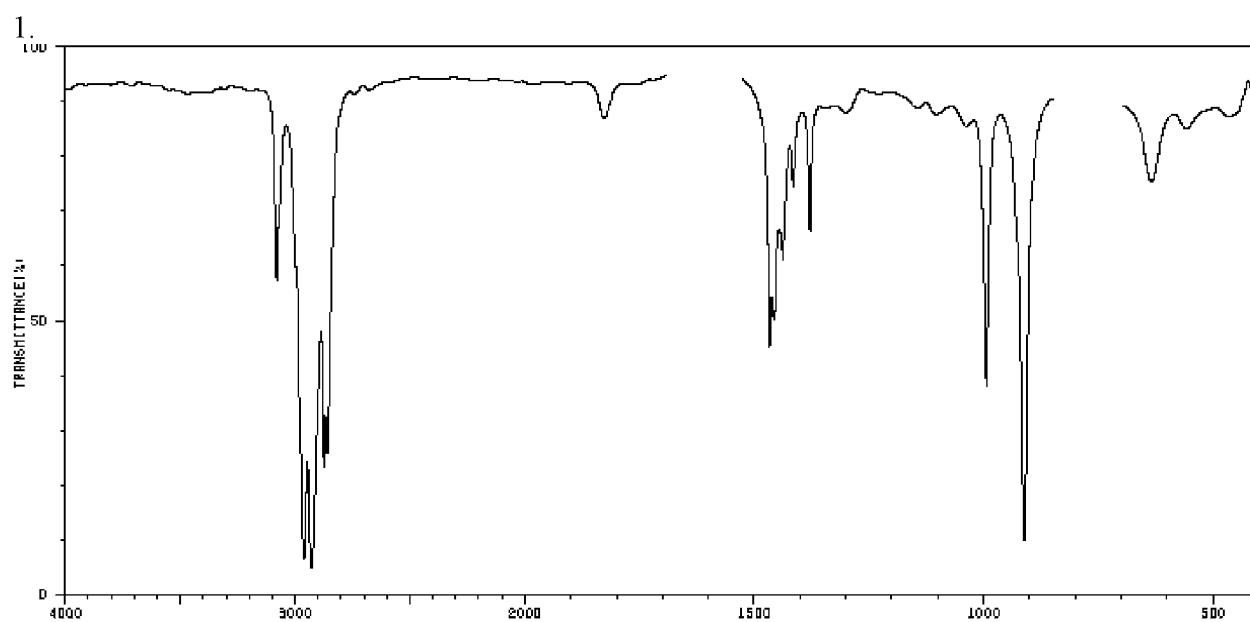
2. Соотнести сигналы в ЯМР ^1H спектре эпоксида стирола ($\nu_0 = 100$ МГц, в растворе CCl_4 , показана только алифатическая часть) с конкретным из протонов (H_1 , H_2 и H_3). Назовите мультиплеты, вычислите значения констант спин-спинового взаимодействия. Для одного из сигналов постройте линейчатую диаграмму.



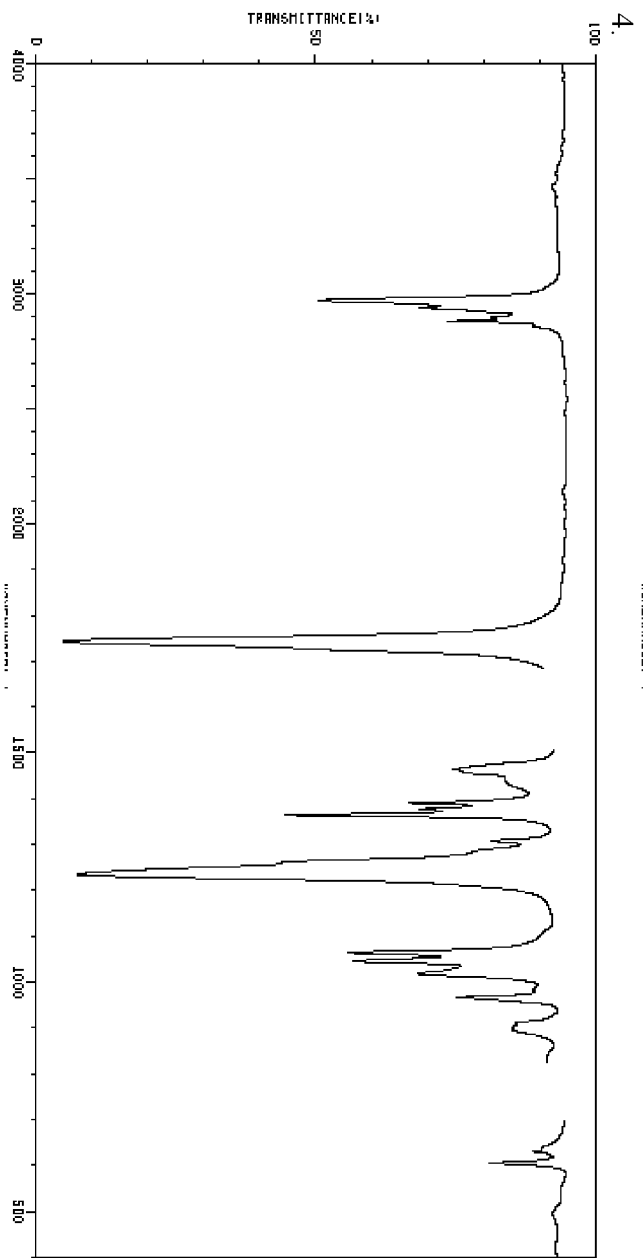
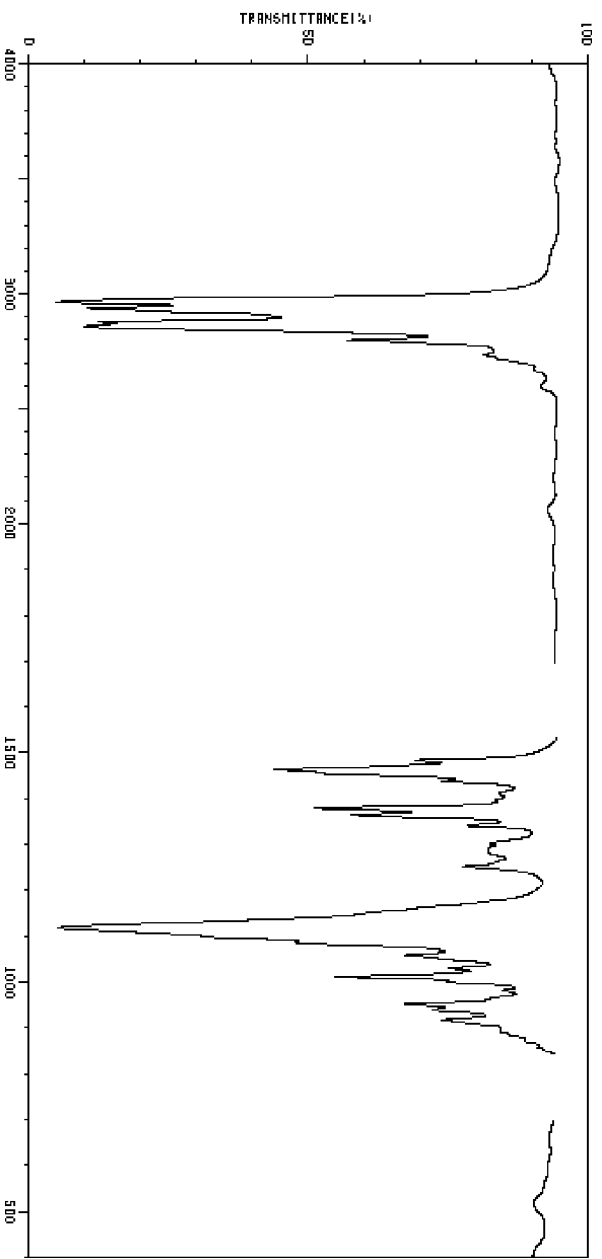
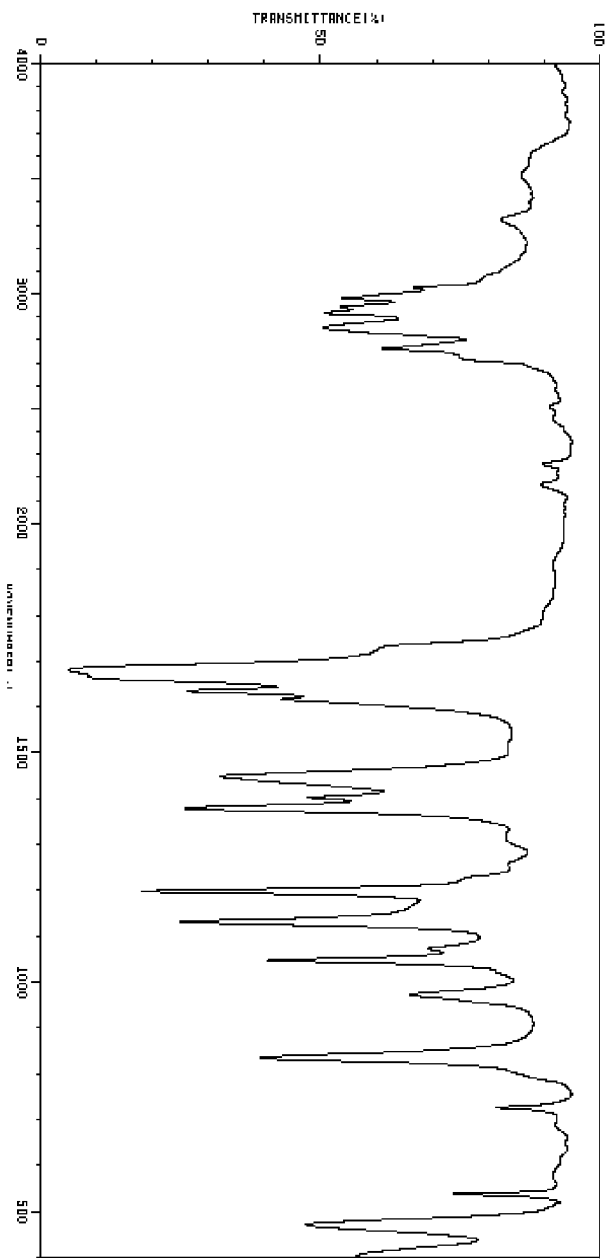
3. Определить строение вещества $\text{C}_9\text{H}_{12}\text{O}_3$ по представленным спектрам ПМР и ЯМР ^{13}C . Доказать предложенную структуру расчетом $\delta_{\text{выч}}$.



4. Определить, каким из приведенных соединений соответствует каждый ИК-спектр. Соотнести характеристические полосы в ИК-спектре с функциональными группами соответствующего вещества: а) дипропиловый эфир; б) пропилацетат; в) 3-метилбутен-2-аль; г) гексен-1



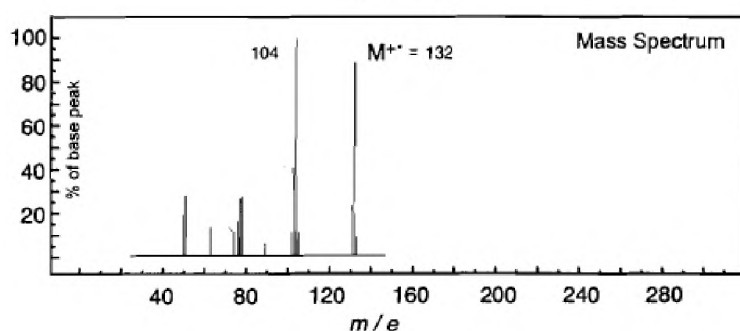
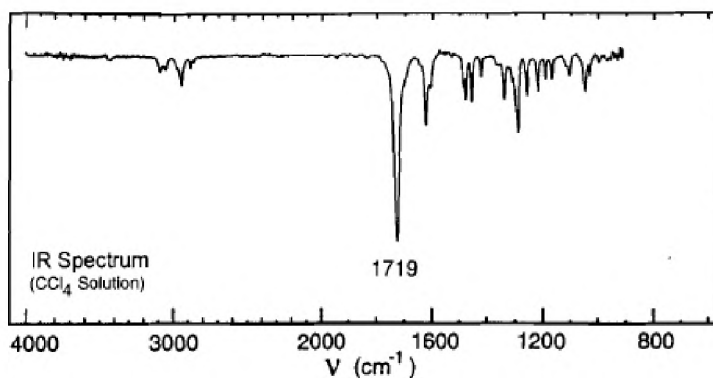
2.



5. Определить строение неизвестного вещества по его спектрам:

132 (M) – 100%, 133 (M+1) – 9.9%, 134 (M+2) – 0.6%.

Problem 171

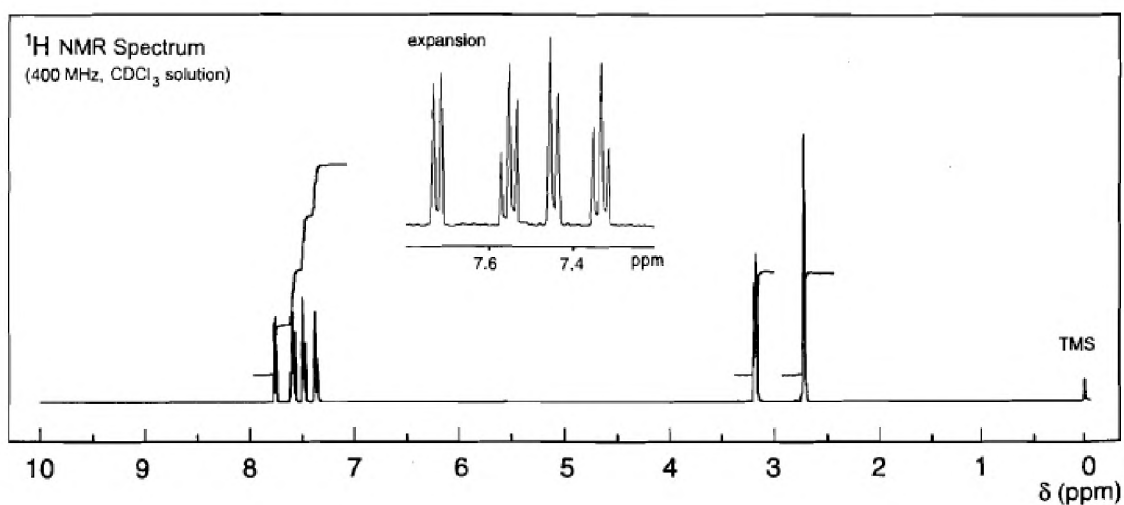
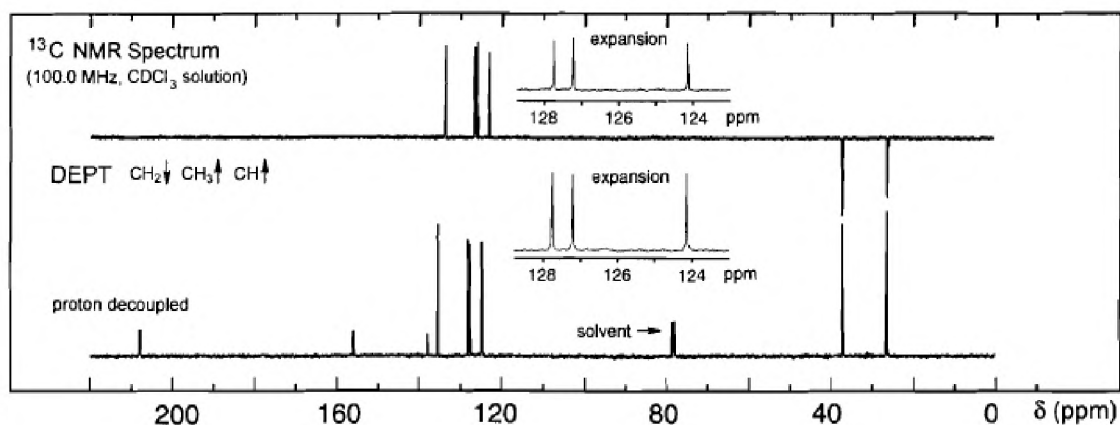


UV Spectrum

$\lambda_{\text{max}} = 243 \text{ nm}$ ($\log_{10} \epsilon$ 4.1)

$\lambda_{\text{max}} = 291 \text{ nm}$ ($\log_{10} \epsilon$ 3.4)

solvent: ethanol



Утверждено на заседании кафедры биохимии и органической химии, протокол № ____ от «__» _____ 20__ г.

И.о. заведующего кафедрой
Преподаватель

Баранова О. В.
Бахтин С. Г.

Критерии оценивания модульного контроля

<i>Номер задания</i>	<i>Количество баллов</i>
1	5
2	10
3	10
4	5
5	20
<i>Всего</i>	<i>50</i>

10. ОБРАЗЕЦ ЭКЗАМЕНАЦИОННОГО БИЛЕТА

(теоретические вопросы к экзамену, образец билета и критерии оценивания)

Теоретические вопросы к экзамену

1. Масс-спектрометрия. Физические основы метода: принцип работы масс-спектрометра, его разрешающая сила, образование масс-спектра, основное уравнение масс-спектрометрии, типы регистрируемых ионов (молекулярные, осколочные, метастабильные, многозарядные).
2. Определение молекулярной брутто-формулы по масс-спектру: метод точного измерения масс молекулярных ионов, метод измерения интенсивностей пиков ионов, изотопных молекулярному иону.
3. Качественные теории масс-спектрометрии органических соединений: теория локализации заряда, теория устойчивости продуктов фрагментации.
4. Масс-спектрометрические правила: азотное, «четно-электронное», затрудненный разрыв связей, прилежащих к ненасыщенным системам.
5. Основные типы реакций распада органических соединений под электронным ударом: простой разрыв связей (α -разрыв, бензильный и аллильный разрывы), ретро-реакция Дильса-Альдера, перегруппировка Мак-Лафферти, скелетные перегруппировки, ониеые реакции. Термические реакции в масс-спектрометре.
6. Установление строения органических соединений: метод функциональных групп, метод характеристических значений m/z . Основные направления фрагментации органических соединений под электронным ударом (углеводородов и их галогенпроизводных, спиртов, фенолов, простых эфиров, альдегидов, кетонов, аминов, карбоновых кислот и их производных).
7. Понятие о методе химической ионизации и хроматомасс-спектрометрии.
8. Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектру низкого разрешения.
9. УФ-спектроскопия. Физические основы метода: электронные состояния молекул, классификация электронных переходов в молекулах, правила отбора.
10. Взаимосвязь электронных спектров и структуры органических молекул: хромофоры и ауксохромы, сопряжение хромофоров, неспецифическое и специфическое влияние растворителей, батохромный и гипсохромный сдвиги, гипохромный и гиперхромный эффекты.
11. Классификация полос поглощения в электронных спектрах. Избирательное

поглощение важнейших ауксохромных и хромофорных групп: насыщенные гетероатомные ауксохромы, карбонильный хромофор, диеновый хромофор, еноновый хромофор, бензольный хромофор.

12. Правила Вудворда-Физера.

13. Принцип работы УФ спектрофотометра. Условия измерения УФ спектров.

14. Примеры структурного анализа ненасыщенных органических соединений по спектру поглощения в ближней области УФ спектра.

15. ИК-спектроскопия. Физические основы метода: частота и интенсивность поглощения в колебательных спектрах двухатомных молекул, основные колебания многоатомных молекул.

16. Взаимосвязь инфракрасных спектров и структуры органических молекул: валентные и деформационные колебания, характеристичность колебаний и ее физические причины, факторы, вызывающие сдвиг полос поглощения и изменение их интенсивности.

17. Характеристическое поглощение важнейших структурных фрагментов и функциональных групп органических соединений: C–C, C=C, C≡C, C_{аром}–C_{аром}, C_{sp3}–H, C_{sp2}–H, C_{sp}–H, C–O, C–N, O–H, N–H, S–H, C=O, CHO, COOH, COOR, CONH, NO₂, C≡N

18. Структурные области ИК спектра. Принципы отнесения полос поглощения. Последовательность проведения структурного анализа.

19. Количественная ИК спектроскопия.

20. Принцип работы ИК спектрофотометра. Условия измерения ИК спектров. Примеры структурного анализа органических соединений по ИК спектру (область 4000 – 650 см⁻¹).

21. Спектроскопия ЯМР. Физические основы метода: магнитные свойства ядер, основное уравнение ядерного магнитного резонанса, взаимодействия магнитных моментов ядер (тонкая и сверхтонкая структура сигналов ядер).

22. Выбор резонансного ядра при изучении строения органических соединений. Принцип работы ЯМР спектрометра. Анализ спектров ядерного магнитного резонанса ядер со спиновым квантовым числом I=1/2: химическая и магнитная эквивалентность ядер, номенклатура ядерных систем, A₂, AX, AB и A₂B системы, индекс связывания, спектры первого и второго порядка, основные правила анализа спектров первого порядка, расшифровка простейших спектров второго порядка, приемы упрощения сложных спектров.

23. Спектроскопия протонного магнитного резонанса: шкала химических сдвигов протонов, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов; константы спин-спинового взаимодействия J_{H–H}.

24. Спектроскопия углеродного магнитного резонанса: шкала химических сдвигов ядер ¹³C, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов, константы спин-спинового взаимодействия J_{C–H}, полное и частичное подавление спин-спинового взаимодействия ядер ¹³C и протонов.

25. Ядерный эффект Оверхаузера. Понятие о спектроскопии ядерного магнитного резонанса динамических систем (обменные процессы).

26. Примеры структурного анализа органических соединений по спектрам ПМР и ЯМР ¹³C.

27. Совместное использование масс-спектрометрии, УФ, ИК, ПМР и ЯМР ¹³C спектроскопии. Особенности структурного анализа органических соединений при совместном использовании спектральных методов.

28. Алгоритм структурного анализа. Примеры решения задач структурного анализа, имеющих различную степень сложности.

ГОУ ВПО «ДОНЕЦКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Факультет химическийСпециальность: 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия»

Профиль: _____

Программа подготовки: _____

специалитет

Семестр _____

7

Учебная дисциплина _____

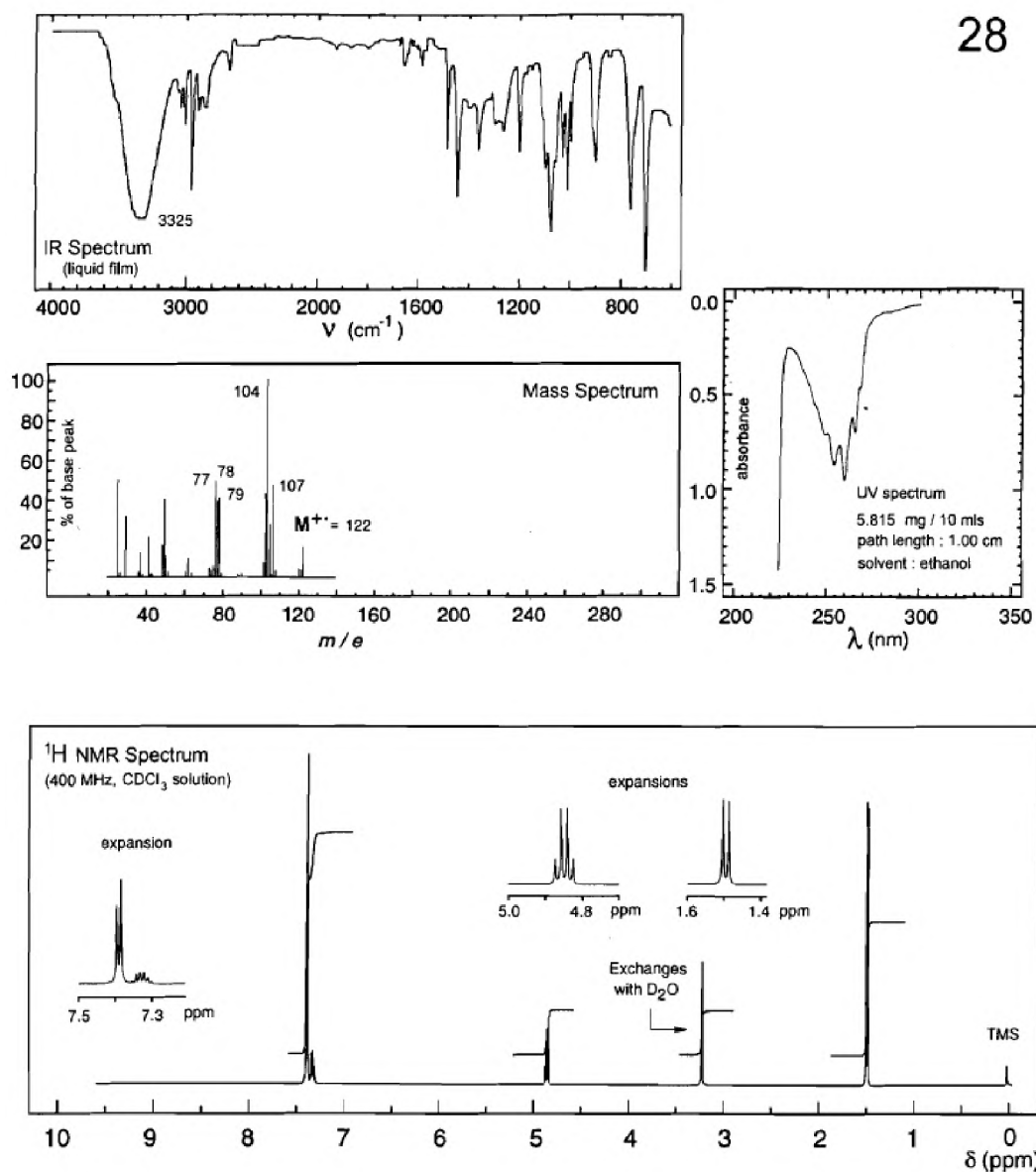
«Физические методы исследования»

БИЛЕТ №1

1. Классификация полос поглощения в электронных спектрах. Избирательное поглощение важнейших ауксохромных и хромофорных групп: насыщенные гетероатомные ауксохромы, карбонильный хромофор, диеновый хромофор, еноновый хромофор, бензольный хромофор.

2. Определить строение вещества по набору его спектральных данных (ИК-, масс-, УФ, ЯМР ^1H и ^{13}C):

28



Утверждено на заседании кафедры биохимии и органической химии, протокол № ____ от « ____ » _____ 20__ г.

И.о. заведующего кафедрой
Экзаменатор

Баранова О.В.
Бахтин С.Г.

Критерии оценивания экзамена

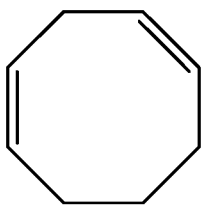
<i>Номер задания</i>	<i>Количество баллов</i>
1	40
2	60
Всего	100

11. ОБРАЗЕЦ ТЕСТОВОГО ЗАДАНИЯ

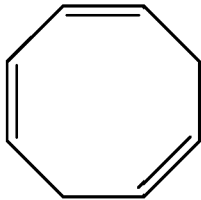
Тест 2. «Физические методы исследования веществ»

Вариант 3

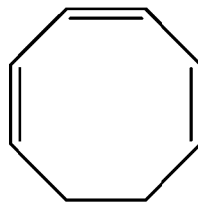
1. Какой из представленных полиенов характеризуется наибольшим значением $\lambda_{\text{макс}}$ в УФ-спектре:



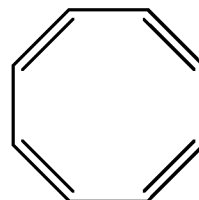
A



B



C



D

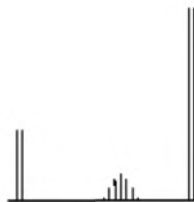
2. В ИК-спектре вещества присутствуют полосы при 3300, 2960, 2200, 1600, 1450, 1380 см^{-1} . Структура соединения:

- A) Н-бутан B) бутин-1 C) бутин-2 D) бутен-1

3. Какой из изомеров $\text{C}_3\text{H}_5\text{Cl}_5$ имеет два сигнала в спектре ЯМР ^1H и три в ЯМР ^{13}C :

- A) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CCl}_3$ B) $\text{CH}_2\text{ClCHClCH}_2\text{Cl}$
C) $\text{CH}_3\text{CHClCHCl}_2$ D) $\text{CH}_3\text{CCl}_2\text{CH}_2\text{Cl}$

4. Фрагмент спектра ЯМР ^1H наблюдается для соединения:



- A) 2-метил-1-хлорпропан B) 3,3-диметил-1-хлорбутан
C) 2-хлорбутан D) 1-хлорпропан

5. В наиболее слабом поле расположены сигналы для вещества:

- A) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ B) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{Cl}$ C) CH_3CHO D) CH_3COOH

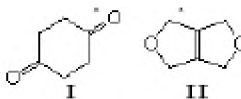
6. Сигналы дублета наблюдаются при δ 7,82 м.д. и 7,95 м.д. $B_0=90$ МГц. КССВ составляет:

- A) 0,13 МГц B) 11,7 Гц C) 11,7 МГц D) 13 Гц

7. Какой из алкинов не дает сигнала в области 2300 – 2000 см^{-1} :

- A) Пентин-1 B) гексин-1 C) гексин-2 D) гексин-3

8. Какой физический метод исследования наиболее рационально использовать для отличия соединений I и II:



- A) ЯМР ^1H B) ИК-спектроскопия
C) УФ-спектроскопия D) масс-спектрометрия

9. Разрешен ли по симметрии переход A_{2g} , если $M_x = M_y = E_u$, $M_z = A_{2u}$?

12. КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ

*Распределение баллов, которые могут получить студенты
в процессе изучения дисциплины*

Организационно-учебная работа студента	СРС		Всего
	Индивидуальная работа	Модульный контроль	
Max <u>25</u> баллов	max <u>25</u> баллов	max <u>50</u> баллов	100 баллов
выполнение и сдача лабораторных работ: масс-спектры (5%), ЯМР ^1H (5%), ЯМР ^{13}C (5%), ИК (5%), компл. (5%)	выполнение индивидуальных домашних заданий: масс-спектры (5%), ЯМР ^1H (5%), ЯМР ^{13}C (5%), ИК (5%), компл. (5%)	решение задач по спектрам: масс- (5%), ЯМР ^1H (10%), ЯМР ^{13}C (10%), ИК (5%), комплексный (20%)	

Необходимым условием получения студентом зачета является своевременное выполнение студентом индивидуальных домашних заданий, оформления и сдачи лабораторных работ. Суммарная итоговая оценка по курсу выставляется в соответствии со следующей шкалой:

Шкала соответствия баллов национальной шкале

Оценка по шкале ECTS	Оценка по 100-балльной шкале	Оценка по государственной шкале (экзамен, дифференцированный зачет)	Оценка по государственной шкале (зачет)
A	90-100	5 (отлично)	зачтено
B	80-89	4 (хорошо)	зачтено
C	75-79	4 (хорошо)	зачтено
D	70-74	3 (удовлетворительно)	зачтено
E	60-69	3 (удовлетворительно)	зачтено
FX	35-59	2 (неудовлетворительно) с возможностью повторной сдачи	не зачтено
F	0-34	2 (неудовлетворительно) с возможностью повторной сдачи при условии обязательного набора дополнительных баллов	не зачтено

13. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ УЧЕБНОГО ПРОЦЕССА

Лекционные занятия проводятся в аудитории, оснащенной мультимедийной техникой и доской.

Лабораторные занятия проводятся в лаборатории, содержащей необходимое для выполнения работ оборудование. В доступе имеются:

- Персональный компьютер
- Мультимедийный проектор
- Рефрактометр Аббе
- Спектрофотометр СФ-46
- Инфракрасный спектрометр UR-10 (ГУ ИНФОУ им. Л.М. Литвиненко)

- ЯМР спектрометр Bruker 400 MHz (ГУ ИНФОУ им. Л.М. Литвиненко)
- Водоструйный и масляный насосы
- Технохимические весы
- Аналитические весы
- Дистиллятор
- Комплект специальной химической посуды
- Реактивы

14. РЕКОМЕНДОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

№ п/п	Наименование	Кол-во экземпляров в библиотеке ДонНУ	Наличие электронной версии в ЭБС
<i>Основная литература</i>			
1.	Спектральные методы исследования в органической химии и биохимии : учебно-методическое пособие к семинар. и лаб. занятиям (для студентов дневной и заочной форм обучения) / [сост. А. Н. Шендрик, В. В. Космынин, О. В. Баранова] ; Донецкий нац. ун-т ; Белгородский гос. ун-т. - Донецк : ДонНУ, 2012.	26	+
2.	Спектроскопия ядерного магнитного резонанса для химиков : [учебник для хим. специальностей вузов] / Ю. М. Воловенко, В. Г. Карцев, И. В. Комаров и др. - Москва : МБФНП, 2011. - 694 с.	1	
3.	Бахтин, С. Г. Физические методы исследования : сборник задач для самостоятельной работы / С. Г. Бахтин, М. А. Синельникова, Т. Г. Тюрина ; ГОУ ВПО "Донецкий национальный университет", Кафедра биохимии и органической химии. - Донецк : ГОУ ВПО "ДонНУ", 2017.	17	+
<i>Дополнительная литература</i>			
4.	Казицына Л.А., Куплетская Н.Б. Применение УФ-, ИК-, ЯМР- и масс-спектропии в органической химии. М.: Изд-во Моск. ун-та, 1979.	14	
5.	Июффе Б.В., Костиков Р.Р., Разин В.В. Физические методы определения строения органических молекул. М.: Высшая школа, 1984.	19	
6.	Браун Д., Флойд А., Сейнзбери М.. Спектроскопия органических веществ. М.: Мир, 1992.	2	
7.	Миронов, В. А. Спектроскопия в органической химии : Сб. задач / В. А. Миронов, С. А. Янковский. - М.: Химия, 1985. - 230 с.	5	
8.	Преч Эрне. Определение строения органических соединений : таблицы спектральных данных / Э. Преч, Ф. Бюльманн, К. Аффольтер ; пер. с англ. Б. Н. Тарасевича. - М. : Мир : БИНОМ. Лаб. знаний, 2006.	5	

15. ИНФОРМАЦИОННЫЕ РЕСУРСЫ

- http://sdb.sdb.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/cre_index.cgi (База данных спектров орг. соединений).
- <https://elibrary.ru/> (Научная электронная библиотека).
- rushim.ru/books/books.htm (Электронная библиотека по химии и технике).
- library.donnu.ru (Научная библиотека ДонНУ).
- <https://minobrnauki.gov.ru/> (Министерство науки и высшего образования Российской Федерации)

- <http://www.obrnadzor.gov.ru/ru/> (Федеральная служба по надзору в сфере образования и науки)
- <http://mondnr.ru/> – Министерство образования и науки Донецкой Народной Республики
- <http://resobrnadzor.ru/> – Республиканская служба по контролю и надзору в сфере образования и науки

16. ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

1. *Windows 7 PRO (корпоративная лицензия ДОННУ № 46484614)*
2. *Microsoft Office (корпоративная лицензия ДОННУ № 46472919)*
3. *Microsoft Visual Studio (лицензия программы DreamSpark для высших учебных заведений)*
4. *Лицензии GPL, Apache, BSD для свободного программного обеспечения:- Антивирус Касперского;- Adobe Acrobat Reader;- xPDF.*

Рабочая программа рассмотрена и переутверждена на заседании кафедры биохимии и органической химии с изменениями (без изменений) на 20____ год.

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

И.о. заведующего кафедрой _____