

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
ФГБОУ ВО «Башкирский государственный университет»
Инженерный факультет

Утверждено:
на заседании кафедры ТХиМ
протокол № 10 от «19» февраля 2021 г.

Зав. кафедрой  /Мухамедзянова А.А.

Согласовано:
Председатель УМК факультета

 /Мельникова А.Я

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Физико-химические методы анализа природных и синтетических материалов

Часть, формируемая участниками образовательных отношений

Б1.В.12

Программа бакалавриата

Направление подготовки


04.03.02 « Химия, физика и механика материалов»

Направленность (профиль) подготовки

Современные материалы для медицины и промышленности

Квалификация

Бакалавр

Разработчик: доктор химических наук, профессор	 / Куковинец О.С.
---	---

Для приема 2021г.

Уфа, 2021 г.

Составитель: д.х.н., проф. Куковинец О.С.



Рабочая программа дисциплины рассмотрена и утверждена на заседании кафедры технической химии и материаловедения, протокол № 10 от « 19 » февраля 2021 г

Заведующий кафедрой ТХиМ



А.А. Мухамедзянова

Дополнения и изменения, внесенные в рабочую программу дисциплины, корректировка учебных планов после внесения изменения в ФГОС, утверждены на заседании кафедры технической химии и материаловедения

протокол № 14 от « 15 » июня 2021 г.

Заведующий кафедрой ТХиМ



А.А. Мухамедзянова

Дополнения и изменения, внесенные в рабочую программу дисциплины, утверждены на заседании кафедры _____

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

Заведующий кафедрой _____ /

_____ Ф.И.О./

Список документов и материалов

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с установленными в образовательной программе индикаторами достижения компетенций	
2. Цели и место дисциплины в структуре образовательной программы:	
3. Содержание рабочей программы: (объем дисциплины, типы и виды учебных занятий, учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся)	
4. Фонд оценочных средств по дисциплине	
4.1. Перечень компетенций и индикаторов достижения компетенций с указанием соотнесенных с ними запланированных результатов обучения по дисциплине. Описание критериев и шкал оценивания результатов обучения по дисциплине.	
4.2. Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценивания результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с установленными в образовательной программе индикаторами достижения компетенций. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания результатов обучения по дисциплине.	
5. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины	
5.1. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины	
5.2. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет» и программного обеспечения, необходимых для освоения дисциплины, включая профессиональные базы данных и информационные справочные системы.	
6. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине	

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с установленными в образовательной программе индикаторами достижения компетенций

В результате освоения дисциплины обучающийся должен достичь следующих результатов обучения:

Категория (группа) компетенций	Формируемая компетенция (с указанием кода)	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения по дисциплине
Лабораторно-аналитическое сопровождение разработки наноструктурированных композиционных материалов	ПК-2- Способен планировать и проводить химические, физические и механические испытания, проводить обработку их результатов и оценивать погрешности, математически моделировать физические химические процессы, выдвигать гипотезы и устанавливать границы их применения	ПК-2.1.-Знать: методы контроля за протеканием химических реакций, физико-химические методы установления структуры полученных соединений, границы применимости этих методов, возможности и недостатки каждого из них.	Знать основы ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, в каком случае применяется каждый их физико-химических методов
		ПК-2.2.- Уметь использовать определенный физико-химический метод анализа для установления эффективности протекания процесса в каждом конкретном случае, оценить погрешности, выдвинуть модель моделирования процесса.	Уметь, на основе полученных знаний, выбрать наиболее результативный способ контроля эффективности процесса и контроля качества получаемой продукции
		ПК-2.3.- Владеть навыками применения физико-химических методов анализа, обработки результатов и оценивания погрешностей, навыками моделирования физических и химических процессов.	Владеть навыками получения и интерпретации данных хроматографического и физико-химических методов анализа, применения их к реальным процессам.

Категория (группа) компетенций	Формируемая компетенция (с указанием кода)	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения по дисциплине
--------------------------------	--	--	-----------------------------------

Лабораторно-аналитическое сопровождение разработки наноструктурированных композиционных материалов	ПК-5-Способен использовать синтетические и приборно-аналитические навыки, позволяющие работать в различных областях современной технологии, связанных с решением материаловедческих задач	ПК-5.1.-Знать: аналитические возможности приборов, применяемых для получения данных о протекании химического процесса и установления структуры и чистоты полученных соединений	Знать основы хроматографии, ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, приборы, применяемые для получения информации, их достоинства и недостатки
		ПК-5.2.- Уметь применять синтетические и приборно-аналитические навыки, позволяющие работать в различных областях современной технологии, связанных с решением материаловедческих задач	Уметь, анализировать полученные экспериментальные данные с применением физико-химических методов анализа
		ПК-5.3.- Владеть навыками применения физико-химических методов анализа в различных областях современной технологии, связанных с решением материаловедческих задач.	Владеть приемами интерпретации данных ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, оценить с их помощью эффективность используемого метода синтеза.

2. Цель и место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина «Физико-химические методы анализа природных и синтетических материалов» является дисциплиной части учебного плана, формируемой участниками образовательных отношений. Дисциплина изучается на четвертом курсе в восьмом семестре.

Она находится в логической взаимосвязи с дисциплинами базовой части профессионального цикла и, прежде всего, с «Современная физическая химия», поскольку опирается на знание основных физических законов, а также с такими дисциплинами как «Органическая химия» и «Методы и средства определения химического состава и структуры материалов», поскольку для анализа структуры органических соединений необходимы знания о влиянии внутренних и внешних факторов на изменения происходящие в спектрах изучаемых соединений. В то же время, вопросы, касающиеся актуальных проблем химии в области основного органического синтеза, в том числе полимерных материалов и материаловедения, материалов для фарминдустрии не могут быть качественно решены без знания и применения современных физико-химических методов анализа, которые позволяют точно установить структуру как субстанции, так и рецептора, с которым ей предстоит взаимодействовать. Она связана и с другими дисциплинами вариативной части основной образовательной программы, такими как «Химия природных соединений», «Основы химии живых систем». поскольку спектральные характеристики - основной инструмент при установлении структуры сложных органических соединений. Грамотное, профессиональное

применение полученных знаний в области ИК- УФ- и ЯМР-спектроскопии позволит решать самые актуальные задачи современной химии. При освоении данной дисциплины активно используются знания о возможностях использования современных информационных технологий в образовании и науке, приобретенная способность квалифицированного владения всеми видами научного общения (устного и письменного), а также способность студента к самообразованию и творческому развитию личности.

Целями освоения дисциплины «Физико-химические методы анализа природных и синтетических материалов» являются приобретение выпускником навыков применения современных физико-химических методов анализа для установления структуры органических соединений, доведение до выпускника понимания важности овладения этими знаниями. Выпускник должен получить знания в области современных подходов к установлению структуры органических веществ (определения степени замещения у атомов углерода, расшифровки данных Н-Н, С-Н и С-С-корреляций). Выпускник должен уметь осуществить выбор наиболее информативного метода физико-химического метода анализа, самостоятельно оценить привлекательность того или иного подхода. Выпускник также должен уметь с привлечением физико-химических методов анализа установить состав получаемой реакционной массы, чтобы далее выбрать оптимальный метод очистки или выделения нужного компонента.

3. Содержание рабочей программы (объем дисциплины, типы и виды учебных занятий, учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся)

Содержание рабочей программы представлено в приложении №1

4. Фонд оценочных средств по дисциплине

4.1. Перечень компетенций и индикаторов достижения компетенций с указанием соотнесенных с ними запланированных результатов обучения по дисциплине. Описание критериев и шкал оценивания результатов обучения по дисциплине.

ПК-2- Способен планировать и проводить химические, физические и механические испытания, проводить обработку их результатов и оценивать погрешности, математически моделировать физические и химические процессы, выдвигать гипотезы и устанавливать границы их применения

Код и наименование индикатора достижения компетенций	Результаты обучения по дисциплине	Критерии оценивания результатов обучения			
		2 «Неудовлетворительно»	3 «Удовлетворительно»	4 «Хорошо»	5 «Отлично»
<u>ПК-2.1.-</u> Знать: методы контроля за протеканием химических реакций,	Знать основы ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, в каком случае применяется каждый их	1. Не знает основ ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, в каком случае применяется каждый их	Демонстрирует частичное знание основ ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, в каком случае применяется каждый их	Демонстрирует знания основ ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, в каком	Владеет полным знанием основ ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, в

<p>физико-химические методы установления структуры полученных соединений, границы применимости этих методов, возможности и недостатки каждого из них.</p>	<p>физико-химических методов</p>	<p>физико-химических методов</p>	<p>физико-химических методов</p>	<p>случае применяется каждый их физико-химических методов, но допускает отдельные ошибки</p>	<p>каком случае применяется каждый их физико-химических методов</p>
<p>ПК-2.2.- Уметь использовать определенный физико-химический метод анализа для установления эффективности протекания процесса в каждом конкретном случае, оценить погрешности, выдвинуть модель моделирования процесса.</p>	<p>Уметь, на основе полученных знаний, выбрать наиболее результативный способ контроля эффективности процесса и контроля качества получаемой продукции</p>	<p>1. Не умеет на основе полученных знаний, выбрать наиболее результативный способ контроля эффективности процесса и контроля качества получаемой продукции</p>	<p>Демонстрирует слабые умения выбора наиболее результативного способа контроля эффективности процесса и контроля качества получаемой продукции</p>	<p>Демонстрирует неплохие умения выбора наиболее результативного способа контроля эффективности процесса и контроля качества получаемой продукции</p>	<p>Умеет, на основе полученных знаний, выбрать наиболее результативный способ контроля эффективности процесса и контроля качества получаемой продукции</p>
<p>ПК-2.3.- Владеть навыками применения физико-химических методов анализа,</p>	<p>Владеть навыками получения и интерпретации данных хроматографического и физико-</p>	<p>1. Не владеет навыками получения и интерпретации данных хроматографического и физико-</p>	<p>Владеть некоторыми навыками получения и интерпретации данных хроматографического и физико-</p>	<p>Неплохо владеет навыками получения и интерпретации данных хроматогра</p>	<p>Полностью владеет навыками получения и интерпретации данных</p>

обработки результатов и оценивания погрешностей, навыками моделирования физических и химических процессов.	химических методов анализа, применения их к реальным процессам.	химических методов анализа, применения их к реальным процессам.	химических методов анализа, применения их к реальным процессам.	физического и физико-химических методов анализа, применения их к реальным процессам.	хроматографического и физико-химических методов анализа, применения их к реальным процессам.
--	---	---	---	--	--

ПК-5- Способен использовать синтетические и приборно-аналитические навыки, позволяющие работать в различных областях современной технологии, связанных с решением материаловедческих задач

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения по дисциплине	Критерии оценивания результатов обучения			
		2 «Неудовлетворительно»	3 «Удовлетворительно»	4 «Хорошо»	5 «Отлично»
<u>ПК-5.1.-</u> <u>Знать:</u> аналитические возможности и приборов, применяемых для получения данных о протекании химического процесса и установления структуры и чистоты полученных соединений	Знать основы хроматографии, ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, приборы, применяемые для получения информации, их достоинства и недостатки	1. Не основ хроматографии, ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, приборы, применяемые для получения информации, их достоинства и недостатки	Демонстрирует частичное знание основ хроматографии, ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, приборы, применяемые для получения информации, их достоинства и недостатки	Демонстрирует знания основ хроматографии, ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, приборы, применяемые для получения информации, их достоинства и недостатки, но допускает отдельные ошибки	Владет полной системой знаний основ хроматографии, ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, приборы, применяемые для получения информации, их достоинства и недостатки
ПК-5.2.- Уметь применять синтетичес	Уметь, анализировать полученные экспериментал	1. Не умеет анализировать полученные эксперимента	Демонстрирует слабые умения анализировать полученные экспериментальн	Демонстрирует неплохие умения анализировать	Умеет анализировать полученные

кие и приборно-аналитические навыки, позволяющие работать в различных областях современной технологии, связанных с решением материаловедческих задач	ьные данные с применением физико-химических методов анализа	льные данные с применением физико-химических методов анализа	ые данные с применением физико-химических методов анализа	полученные экспериментальные данные с применением физико-химических методов анализа	е экспериментальные данные с применением физико-химических методов анализа
ПК-5.3.- Владеть навыками применения физико-химических методов анализа в различных областях современной технологии, связанных с решением материаловедческих задач.	Владеть приемами интерпритации данных ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, оценить с их помощью эффективность используемого метода синтеза.	1. Не владеет приемами интерпритации данных ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, оценить с их помощью эффективность используемого метода синтеза.	Владеет отдельными приемами интерпритации данных ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, оценить с их помощью эффективность используемого метода синтеза.	Неплохо владеет приемами интерпритации данных ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, оценить с их помощью эффективность используемого метода синтеза.	Полностью владеет приемами интерпритации данных ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, оценить с их помощью эффективность используемого метода синтеза.

4.2. Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценивания результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с установленными в образовательной программе индикаторами достижения компетенций. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания результатов обучения по дисциплине

В результате освоения образовательной программы обучающийся должен овладеть следующими результатами обучения по дисциплине.

Код и наименование индикатора достижения компетенций	Результаты обучения по дисциплине	Оценочные средства
---	--	---------------------------

<p><u>ПК-2.1.- Знать:</u> методы контроля за протеканием химических реакций, физико-химические методы установления структуры полученных соединений, границы применимости этих методов, возможности и недостатки каждого из них.</p> <p><u>ПК-5.1.- Знать:</u> аналитические возможности приборов, применяемых для получения данных о протекании химического процесса и установления структуры и чистоты полученных соединений</p>	<p>Знать основы ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, в каком случае применяется каждый их физико-химических методов</p> <p>Знать основы хроматографии, ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, приборы, применяемые для получения информации, их достоинства и недостатки</p>	<p>Решение типового задания Контрольная работа по практике Работа в составе небольшой группы Решение задач из книги Тестирование Экзамен</p>
<p>ПК-2.2.- Уметь использовать определенный физико-химический метод анализа для установления эффективности протекания процесса в каждом конкретном случае, оценить погрешности, выдвинуть модель моделирования процесса.</p> <p>ПК-5.2.- Уметь применять синтетические и приборно-аналитические</p>	<p>Уметь, на основе полученных знаний, выбрать наиболее результативный способ контроля эффективности процесса и контроля качества получаемой продукции</p> <p>Уметь, анализировать полученные экспериментальные данные с применением физико-химических методов анализа</p>	<p>Решение типового задания Контрольная работа по практике Работа в составе небольшой группы Решение задач из книги Тестирование Экзамен</p>

<p>навыки, позволяющие работать в различных областях современной технологии, связанных с решением материаловедческих задач</p>		
<p>ПК-2.3.- Владеть навыками применения физико-химических методов анализа, обработки результатов и оценивания погрешностей, навыками моделирования физических и химических процессов.</p> <p>ПК-5.3.- Владеть навыками применения физико-химических методов анализа в различных областях современной технологии, связанных с решением материаловедческих задач.</p>	<p>Владеть навыками получения и интерпретации данных хроматографического и физико-химических методов анализа, применения их к реальным процессам.</p> <p>Владеть приемами интерпретации данных ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, оценить с их помощью эффективность используемого метода синтеза.</p>	<p>Решение типового задания Контрольная работа по практике Работа в составе небольшой группы Решение задач из книги Тестирование Экзамен</p>

Форма контроля:

Экзамен в 8 семестре

- от 45 до 59 баллов – «удовлетворительно»;
- от 60 до 79 баллов – «хорошо»;
- от 80 баллов – «отлично»;

Критерии оценки (в баллах):

- **25-30 баллов** выставляется студенту, если студент дал полные, развернутые ответы на все теоретические вопросы билета, продемонстрировал знание функциональных

возможностей, терминологии, основных элементов, умение применять теоретические знания при выполнении практических заданий. Студент без затруднений ответил на все дополнительные вопросы. Практическая часть работы выполнена полностью без неточностей и ошибок;

- **17-24 баллов** выставляется студенту, если студент раскрыл в основном теоретические вопросы, однако допущены неточности в определении основных понятий. При ответе на дополнительные вопросы допущены небольшие неточности. При выполнении практической части работы допущены несущественные ошибки;

- **10-16** баллов выставляется студенту, если при ответе на теоретические вопросы студентом допущено несколько существенных ошибок в толковании основных понятий. Логика и полнота ответа страдают заметными изъянами. Заметны пробелы в знании основных методов. Теоретические вопросы в целом изложены достаточно, но с пропусками материала. Имеются принципиальные ошибки в логике построения ответа на вопрос. Студент не решил задачу или при решении допущены грубые ошибки;

Рейтинг план дисциплины

Физико-химические методы анализа природных и синтетических материалов

Направление: «Химия, физика, механика материалов

курс 4 семестр 8

Количество часов по учебному плану 180, в т.ч. аудиторная работа 128 ч., самостоятельная работа 23,3 ч., контроль 27 ч.

Преподаватель: Куковинец Ольга Сергеевна, доктор химических наук, профессор

Кафедра: технической химии и материаловедения

Виды учебной деятельности студентов	Балл за конкретное задание	Число заданий за семестр	Баллы	
			Минимальный	Максимальный
Модуль 1 Хроматографические методы анализа				
Текущий контроль	8		0	8
1. Аудиторная работа: активная работа на лекциях				
2. Тестовый контроль:				8
2.1. Решение типового задания	4,0	1	0	4,0
2.2. Решение расчетных задач	4,0	1	0	4,0
Рубежный контроль	9			9
1. Контрольная (теория)	4	1	0	4
2. Индивидуальная				

контрольная работа	5	1	0	5
Модуль 2 Оптические методы в установлении структуры органических соединений				
Текущий контроль	16		0	16
1. Аудиторная работа, активность работы на лекциях				
2. Тестовый контроль:				16
2.1. Решение типового задания (ИК)	2,0	2,0	0	2,0
2.2. Решение типового задания (УФ)	2,0	2,0	0	2,0
2.3. Работа в группе (решение задач) (ИК)	4,0	4,0	0	4,0
2.4. Решение задач из книги (ИК)	2,0	2,0	0	2,0
2.5. Решение задач из книги (УФ)	2,0	2,0	0	2,0
2.6. Работа в группе (решение задач) (УФ)	4,0	4,0	0	4,0
Рубежный контроль	14		0	14
1. Контрольная работа (Практика) (ИК)	4,0	1	0	4,0
2. Контрольная работа (Практика) (УФ)	4,0	1	0	4,0
3. Контрольная (теория) (ИК)	3,0	1	0	3,0
4. Контрольная (теория) (УФ)	3,0	1	0	3,0
Модуль 3 Ядерный магнитный резонанс				
Текущий контроль	16			16
1. Аудиторная работа (активность работы на лекциях)				
2. Тестовый контроль:				
2.1. Решение типового задания	2,0	2,0	0	2,0
2.2. Работа в группе (решение задач на все методы)	2,0	2,0	0	2,0
2.3. Контрольная по				

теории (ЯМР)	3	3	0	3,0
2.4. Контрольная по теории (масс-спектр)	3	3	0	3,0
2.5 Контрольная по практике (ЯМР)	4	4	0	4
2.5 Решение задач из книги	2	2	0	2
Рубежный контроль	7		0	7
1.. Индивидуальная контрольная работа	7	7	0	7
3. Посещение лекционных занятий			0	-6
4. Посещение практических (семинарских, лабораторных) занятий			0	-10
Итоговый контроль				
. Экзамен	30	1	0	30
Поощрительные баллы:			0	10
1. Студенческая олимпиада (Решение задач повышенной сложности) и тестирование				8
2. Публикация статей				
3. Работа в группе, умение выбрать правильный метод				2

Утверждено на заседании кафедры технической химии и материаловедения

Экзаменационные билеты

Экзамен является оценочным средством для всех этапов освоения компетенций.

Структура экзаменационного билета:

Экзаменационный билет включает два теоретических вопроса из разных разделов программы курса и задачу на применение совокупности методов.

Вопросы, выносимые на экзамен:

ИК-спектроскопия

1. Основные законы поглощения света, границы применимости и ограничения.
2. Понятие 'характеристическая полоса' в ИК-спектре, зависимость от структуры и условий съемки.

3. Характеристика валентных и деформационных колебаний в ИК-спектроскопии.
4. Как объяснить, что характеристическая полоса имеет узкий интервал проявления в ИК-спектре, однако несколько отличается от соединения к соединению?
5. Интенсивность полос поглощения в ИК-спектре. От чего она зависит?
6. Опишите теоретическую основу появления сигналов карбонильной группы в ИК-спектрах.
7. Принцип устройства ИК-спектрометра. Условия снятия ИК-спектра. Требования к подготовке образца при снятии ИК-спектра.
8. Влияние межмолекулярного взаимодействия «вещество-вещество» и «вещество-растворитель» на качество ИК-спектра.
9. Законы поглощения света, выражения Бугера и Бугера-Ламберта-Бера.
10. Требования к веществам при снятии ИК-спектра, влияние разбавления на качество спектра и местоположение ряда характеристических частот.
11. Чем вызвано различие в местоположении характеристических частот в ИК-спектре для ацетальдегида и ацетона, зависимость сдвига полосы поглощения карбонильной группы от окружения.
12. Влияние сопряжения C=C и C=O-связей на частоту и интенсивность поглощения в ИК-спектрах.
13. Определение числа полос в ИК-спектре. Возможные типы колебаний Разобрать возможные валентные и деформационные колебания для формальдегида.
14. Характеристические полосы поглощения насыщенных линейных, разветвленных и циклических углеводородов в ИК-спектре. Объяснить их появление на примере бутана и изобутана.
15. Характеристические полосы непредельных соединений. Разобрать их возникновение на примере пропена и бутена-2.
16. Какие изменения будут наблюдаться в УФ-спектре при переходе алкан-алкен-диен?
17. Определение наличия галогена в органическом соединении по его ИК-спектру. Влияние галогена на местоположение полосы поглощения соседних групп.
18. Характеристические полосы ароматических соединений. Показать на примере деформационных и валентных колебаниях толуола.
19. Описать, каким образом можно отличить различные типы двойных связей с помощью ИК-спектроскопии.

УФ-спектроскопия

1. Явления, лежащие в основе возникновения УФ-спектров.
2. Требования к подготовке образца при снятии УФ-спектров.
3. Понятие 'хромофор' в УФ-спектре. Классификация типов хромофоров в УФ-спектроскопии, краткая их характеристика. Условия сдвига поглощения в видимую область.
4. Что такое запрет по симметрии на сигналы в УФ-спектре и почему, тем не менее, подобные поглощения появляются? Зависимость коэффициента экстинкции (ϵ) от разрешенности электронных переходов.
5. Влияние сопряжения на длину волны на экстинкцию в УФ-спектре, при которой наблюдается поглощение. Какие изменения будут наблюдаться в УФ-спектре при переходе алкан-алкен-диен?

6. Хромофорные группы карбонильных соединений. Сравнение УФ-спектров насыщенных и ненасыщенных кетонов и альдегидов.
7. Хромофорные группы ароматические соединений. Причина сложного характера УФ-спектра бензола и его производных.
8. Возможные переходы в предельных и непредельных карбоновых кислотах и их эфирах, и возникающие в результате этого характеристические полосы в УФ-спектре. Влияние сопряжения на λ и ϵ .
9. Возможные переходы в циклических соединениях и их непредельных аналогах в УФ-спектрах. Сравнение с непредельными ациклическими соединениями.
10. Электронные переходы в соединениях содержащих гетероатомы. Какие электронные переходы могут наблюдаться в УФ-спектрах диметилвиниламина? Изменится ли УФ-спектр данного соединения при обработке его разбавленным раствором HCl?
11. Какую смысловую нагрузку несет ϵ (коэффициент поглощения) в УФ-спектре? От каких факторов зависит его величина?

ЯМР-спектроскопия.

1. Магнитный резонанс. Основы теории возникновения ядерного магнитного резонанса, поведение ядер в постоянном и переменном магнитном полях.
2. Условия, которым должны отвечать ядра, пригодные для ЯМР-спектроскопии.
3. Механизмы релаксации в ЯМР-спектроскопии.
4. Относительные и абсолютные единицы, принятые для выражения химических сдвигов ядер в спектре ПМР и ЯМР ^{13}C .
3. Спектроскопия ПМР. Параметры спектров ЯМР ^1H . Двумерные спектры ЯМР: COSYH-и C-HCORR.
2. Спин-спиновое взаимодействие в спектрах ПМР. Номенклатура спиновых систем.
3. Что входит в понятие «химический сдвиг». Шкала химических сдвигов. Почему ядра одного вида резонируют при различных частотах в ЯМР-спектре?
4. Магнитное экранирование и химические сдвиги в ЯМР ^1H и ^{13}C . Отсчет химических сдвигов, единицы измерения химических сдвигов. Привести примеры. Влияние парамагнитной и диамагнитной составляющих на местоположение сигналов в ЯМР-спектрах. Требования к эталонам, выбираемым за нулевые сигналы при описании ЯМР-спектров.
5. Прямые, геминальные и вицинальные константы C-H взаимодействия. Их величины и зависимость от строения фрагмента молекулы.
6. Спектроскопия ^{13}C . Шкала химических сдвигов ядер ^{13}C . Формулы расчета δ , развертки поля по имеющимся остальным параметрам. Связь строения молекулы и химических сдвигов в спектрах ^{13}C .
7. Аддитивные схемы расчета химических сдвигов в ЯМР-спектрах.
8. Причины возникновения мультиплетности в ЯМР – спектре. Разберите возникновение дублета, триплета и квартета. Характер спектра при наличии у соседних атомов неэквивалентных протонов.
9. Сложные спектры ПМР. АВ и АВХ-системы. Анализ сверхтонкой структуры спектров ПМР. Применение спектроскопии двойного ядерного магнитного резонанса для расшифровки спектров ЯМР.
10. Влияние заместителей в ароматическом кольце на химический сдвиг ароматических протонов. Расчет для анилина в спектре ЯМР ^1H и ^{13}C .

11. . Спектры ^{13}C с полным подавлением по протонам, с частичным подавлением протонов, без подавления протонов.

Масс-спектрометрия

1. Требования к чистоте и виду образца и растворителя при снятии масс-спектра.
2. Приемы подготовки и ввода образца при снятии масс-спектра.
3. Перегруппировочные ионы в масс-спектрометрии.
4. Пути стабилизации осколочных ионов при наличии гетероатома в молекуле.
5. Определить набор возможных колебаний для молекулы ABCD и фрагментацию в масс-спектре.
7. Устройство масс-спектрометра. Основы метода.
8. Требования к энергии электронов и концентрации образца, его физическим константам при снятии масс-спектров.
9. Определение наличия галогена в органическом соединении по его масс-спектру. Особенности масс-спектрометрии галоген- и азотсодержащих органических соединений.
10. Прогнозируйте, какие пики в масс-спектре будут наблюдаться для соединения $\text{H}_2\text{CCl}-\text{CH}_2\text{COOCH}_3$?
11. Возможности масс-спектрометрии. В каких случаях можно получить с помощью этого метода максимальную информацию о веществе?

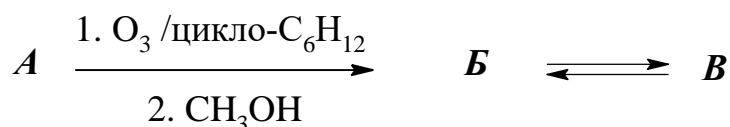
Хроматография

1. Классификация типов хроматографии по характеру фаз
2. Требования, предъявляемые к подвижной фазе в жидкостной и газожидкостной хроматографии
3. Система подачи газа в газовый хроматограф
4. Приемы ввода исследуемой смеси для выполнения анализа
5. Основы принципа разделения веществ на твердых носителях, показатели качества разделения
6. Влияние параметров хроматографической колонки, вида неподвижной фазы и соотношения ее с твердым носителем на качество разделения в газожидкостной хроматографии
7. Основные типы детекторов, применяемых в газовой хроматографии. Принцип работы катарометра.
8. Почему при нормировании хроматограмм приходится учитывать поправочные коэффициенты для различного вида детекторов?
9. Как осуществлять анализ методом ГЖХ, если вещества близки по свойствам
10. Анализ скорости потока элюента в жидкостной хроматографии
11. Нарисуйте гипотетическую хроматограмму, состоящую из двух пиков и приведите основные параметры, описывающие хроматографический пик (коэффициенты разделения, распределения, эффективность колонки).
12. Источники ошибок в газовой хроматографии. Относительная и абсолютная ошибка.

13. Абсолютная калибровка в хроматографии. Сущность данного метода и границы применимости, метод стандартной добавки.
14. Классификация типов хроматографии по задачам исследования и по аппаратурному оформлению.
15. Требования предъявляемые к неподвижной фазе в жидкостной и газовой хроматографии.
16. Методы контроля потока газа-носителя в газовой хроматографии.
17. Требования, которые необходимо выполнять при введении пробы в хроматограф.
18. ВЭТТ, факторы, влияющие на качество разделения в хроматографической колонке.
19. Процессы происходящие в хроматографической колонке с дублированной фазой.
20. Соотношение качество-время разделения-количество неподвижной фазы в дублированной колонке.
21. Принцип работы детекторы ионизационного типа
22. Приемы расчета хроматографических пиков. Сравнение различных методов. Идентификация веществ с помощью ГЖХ.
23. Нарисуйте гипотетическую хроматограмму, состоящую из двух пиков и приведите основные параметры, описывающие хроматографический пик (коэффициенты разделения, распределения, эффективность колонки)
24. Что такое относительная калибровка в ГЖХ? Требования к внутреннему стандарту. Возможные ошибки и методы их устранения.
25. Источники ошибок в газовой хроматографии. Определение стандартного и относительного отклонения.
26. Выбор фаз в газовой хроматографии.

Пример экзаменационной задачи:

Нарисуйте структуры соединений **B** и **B**, установите равновесные концентрации этих соединений в растворе диметилформаида, если $C_{HCl} = 4,06 \times 10^{-6}$ моль/л, а к моменту равновесия первоначальный УФ-спектр (рис. 1а) принял вид, изображенный на рис 1б.



Коэффициент поглощения ϵ 14820 (УФ-спектр снят в гексане) соответствует 98%-ной концентрации соединения **B**. Исходное соединение **A** с брутто-формулой $C_{10}H_8O$ имеет в ИК-спектре полосы поглощения при (ν , cm^{-1}): 1505 ср, 1600 ср, 1640 сл, 1705 с, 3080с л. ЯМР 1H спектр соединения **A** содержит сигналы (δ , м. д.): 2.6 д (2H), 5.8 м (1H), 6.14 д (1H), 7.2 – 7.6 м (4H). Какие сигналы в ИК- и ЯМР 1H спектрах полученных соединений **B** и **B** свидетельствует о наличии таутомерных превращений.

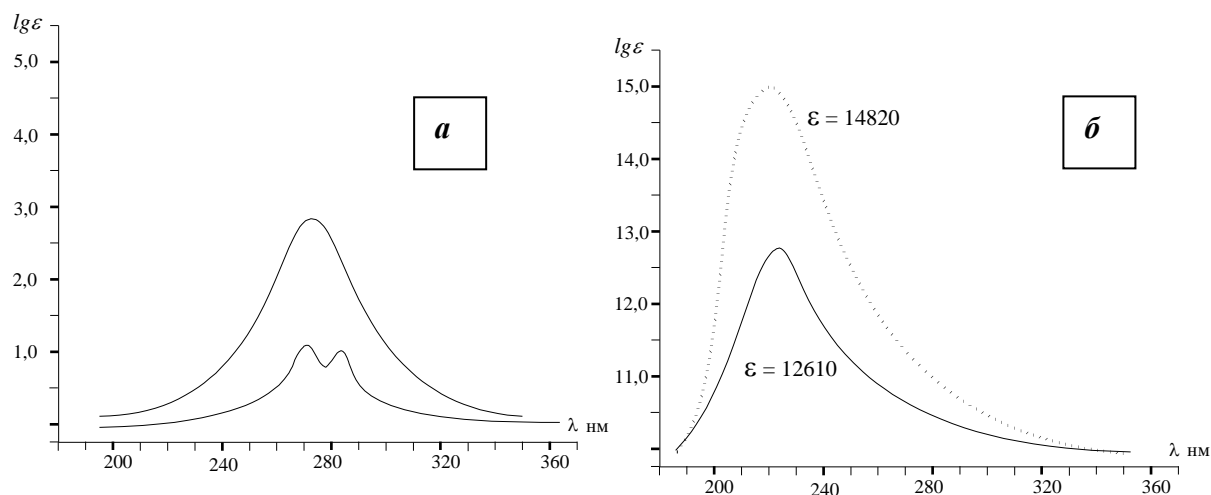


Рис. 1. ИК и ЯМР ^1H спектры

Пример экзаменационного билета:

Башкирский государственный университет
 Инженерный факультет
 Кафедра технической химии и материаловедения
 Направление «Химия, физика и механика материалов»
 Профиль «Современные материалы для медицины и промышленности»

Дисциплина «Физико-химические методы анализа природных и синтетических материалов»

Билет №..

1. Влияние внутренних и внешних факторов на местоположение полос поглощения функциональных групп в ИК-спектре
2. Принцип работы масс-спектрометра, в каких случаях можно получить наибольшую информацию из масс-спектра.
3. Задача.

Составитель: д.х.н., проф.

Куковинец О.С.

Заведующий кафедрой _____

А.А.Мухамедзянова

Утверждено на заседании кафедры ТХиМ

Критерии оценки:

- отлично – от 80 до 110 баллов (включая 10 поощрительных баллов);
- хорошо – от 60 до 79 баллов;
- удовлетворительно – от 45 до 59 баллов;
- неудовлетворительно – менее 45 баллов.

Критерии оценки за экзамен (в баллах):

- **25-30 баллов** выставляется студенту, если студент дал полные, развернутые ответы на все теоретические вопросы билета, продемонстрировал знание функциональных возможностей, терминологии, основных элементов, умение применять теоретические знания при выполнении практических заданий. Студент без затруднений ответил на все дополнительные вопросы. Практическая часть работы выполнена полностью без неточностей и ошибок;

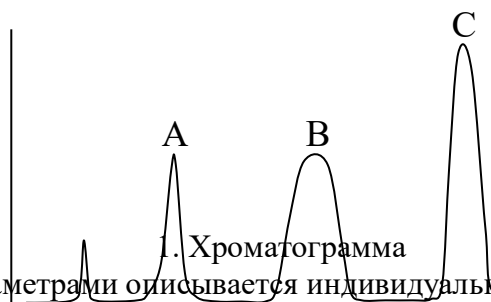
- **17-24 баллов** выставляется студенту, если студент раскрыл в основном теоретические вопросы, однако допущены неточности в определении основных понятий. При ответе на дополнительные вопросы допущены небольшие неточности. При выполнении практической части работы допущены несущественные ошибки;

- **10-16 баллов** выставляется студенту, если при ответе на теоретические вопросы студентом допущено несколько существенных ошибок в толковании основных понятий. Логика и полнота ответа страдают заметными изъянами. Заметны пробелы в знании основных методов. Теоретические вопросы в целом изложены достаточно, но с пропусками материала. Имеются принципиальные ошибки в логике построения ответа на вопрос. Студент не решил задачу или при решении допущены грубые ошибки

Примеры типовых задач:

1. Хроматография:

Вопросы.



1.1. Какими параметрами описывается индивидуальный пик:

- а) время удерживания (исправленное и неисправленное);
- б) $\mu_{0,5}$, μ_u ;
- в) расчет эффективности колонки для определенного пика (n , N , ВЭТТ).

1.2. Приемы расчета площади пика.

1.3. Нормировка хроматограммы.

1.4. Поправочные коэффициенты.

1.5. Калибровочные графики (относительная и абсолютная калибровка).

1.6. Погрешности и их оценка.

Практические задания.

а) Дана хроматограмма (каждой подгруппе выдается своя хроматограмма), сделать копию или перенести хроматограмму на кальку, миллиметровку)

Рассчитать: площади всех пиков различными методами;

Сделать выборку значений по указанию преподавателя и оценить абсолютную ошибку, относительную ошибку, относительное отклонение, стандартное отклонение для выполненных измерений;

Найти исправленные и неисправленные времена удерживания всех компонентов, выражая их в линейных единицах;

Определить весовые поправочные коэффициенты для всех компонентов смеси, за стандарт выбрать W_1 :

$W_1 = 0,243$	$W_2 = 0,314$	$W_3 = 0,608$	$W_4 = 0,921$	$W_5 = 2,464$
$S_1 = 1342$ мм ²	$S_2 = 1796$ мм ²	$S_3 = 3282$ мм ²	$S_4 = 5134$ мм ²	$S_5 =$ 13942мм ²

Выполнить нормировку хроматограммы с учетом и без учета поправочных коэффициентов.

б) Дана хроматограмма с неполностью разделенными пиками.

Найти относительный объем удерживания (α), коэффициент β , емкостный фактор k' , фактор разделения SF и коэффициенты разделения R и K .

Разделение пиков представленное на данной хроматограмме достигнуто на колонке $L_1 = 1,2$ м. Какова должна быть минимальная длина колонки L_2 , необходимая для получения коэффициента разделения $R = 1,5$.

Для хроматограмм, приведенных на рис. 1, 2 и 3 определить процентное содержание каждой из примесей, если на долю основного вещества в первом случае приходится 87,6%, а во втором – 98%. Предположите ВЭТГ для пика 7 (рис. 2.) и оцените эффективность колонки для этих соединений. Каким путем можно влиять на нее (длина колонки 2,4 м).

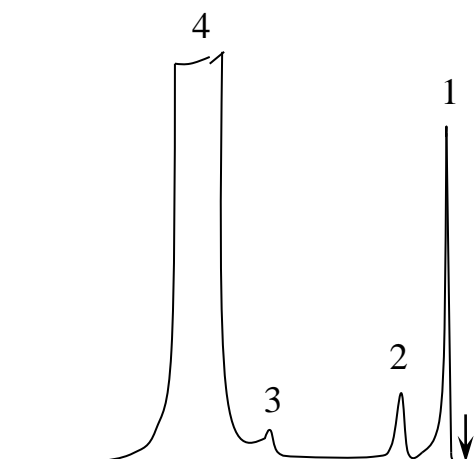
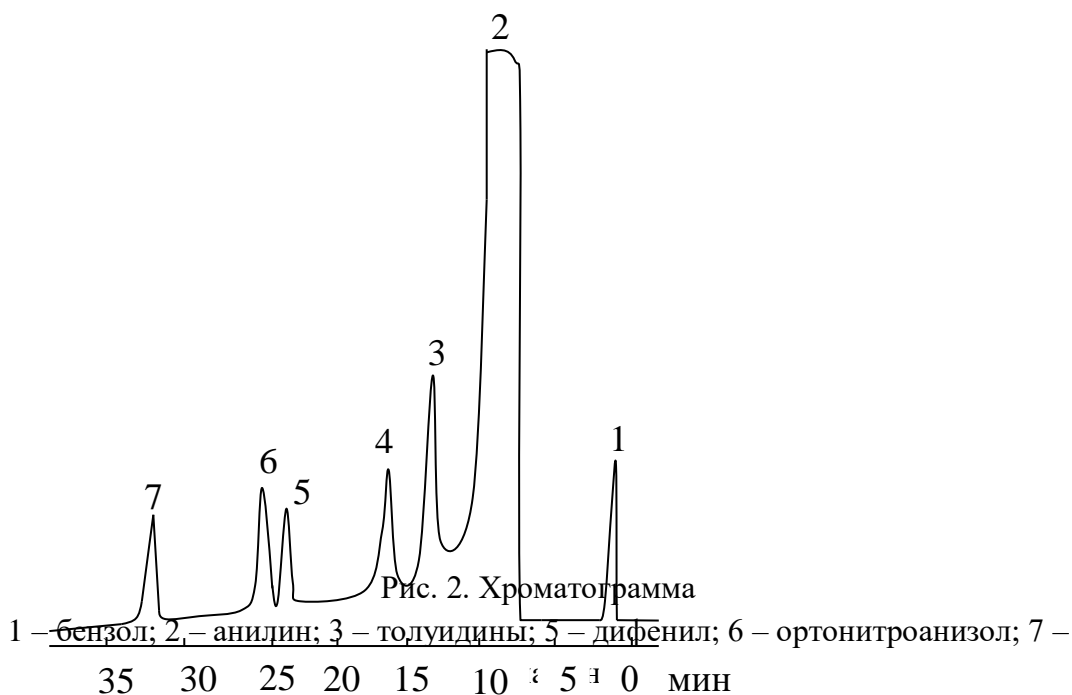


Рис. 3. Типовая хроматограмма 2-нафтола

1
2

3 – этанол; 2 – монометилловый эфир гидрохинона «внутренний эталон».

в) Дано:

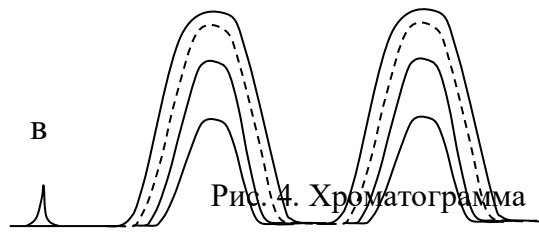
	W_A	W_B	W_C	S_A	S_B	S_C
1	0,25	0,25	0,25	0,4	0,16	0,32
2	0,25	0,50	0,50	0,4	0,32	0,56
3	0,25	0,75	0,75	0,4	0,44	0,88
4	0,25	1,0	1,0	0,43	0,65	1,33
5	0,25	1,25	1,25	0,39	0,78	1,56
6	0,25	1,50	1,50	0,41	0,98	2,05
7	0,25	1,75	1,75	0,4	1,04	2,44

W_i – масса взятых для анализа веществ, S_i – площади соответствующих пиков.

по имеющимся данным построить калибровочные графики для веществ В и С (А – стандарт);

определитм массу веществ (В) и (С) в 10 мл его образца, если при добавлении к нему 5 мл раствора внутреннего стандарта с концентрацией 50 мкг/мл получили соотношение площадей пиков для В = 5 и для С = 8.

г) Ниже приведены хроматограммы, снятые с увеличением концентрации



определить состав реакционной смеси (цена 1 см равна 2мин);

провести нормировку хроматограмм (анализ выполнен на катарометре);

вычислить относительное и стандартное отклонение;

С использованием зависимости $\log t$ от числа углеродных атомов предположить формулу парафинов, хроматограмма которых приведена на рис. 5.

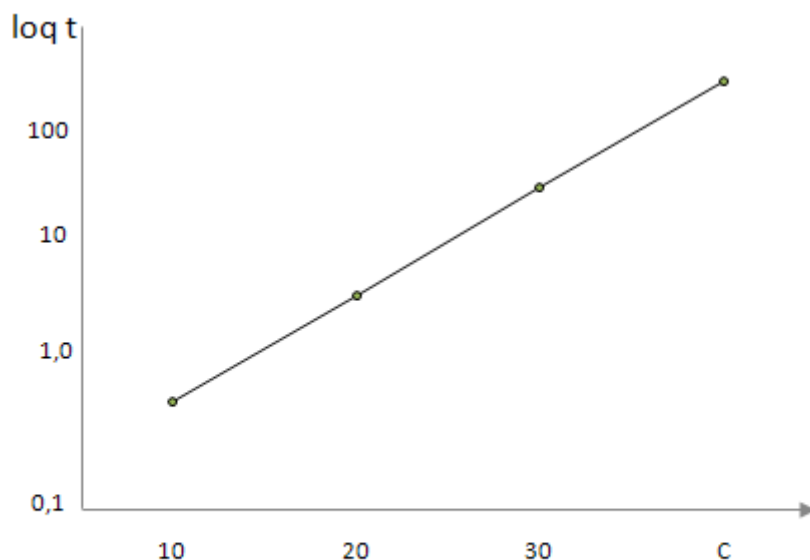


Рис. 5. Хроматограмма
График приведен для n - парафинов

Критерии оценки - 4 балла:

- 4 балла выставляется студенту, если он выполнил 100 - 85% задания;
- 3 балла выставляется студенту, если он выполнил 84-65% задания.
- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 55 - 64% задания
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 30- 54% задания
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил менее 30% задания

2. ИК-спектроскопия

Установите строение соединений по ИК спектру

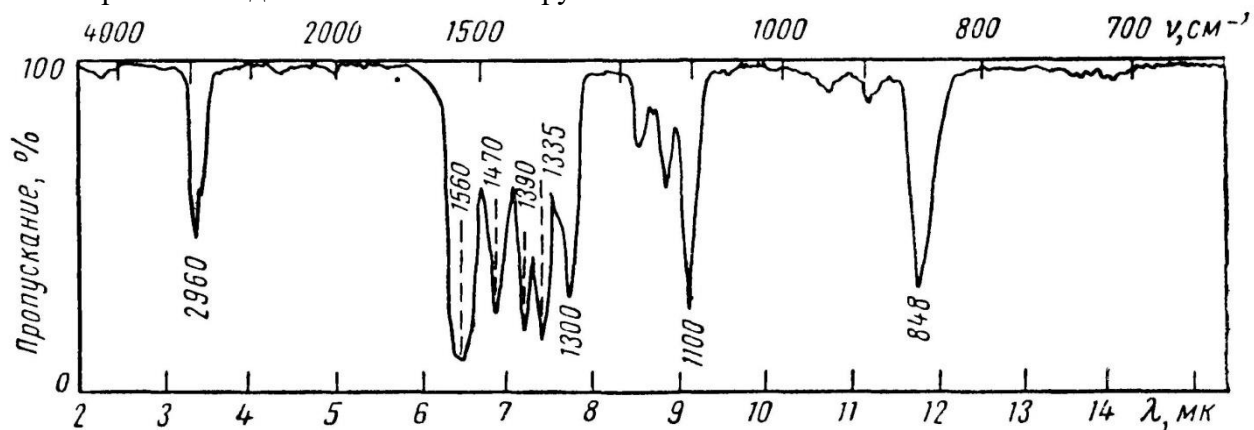


Рис 1. $C_8H_8O_2$

3.

4.

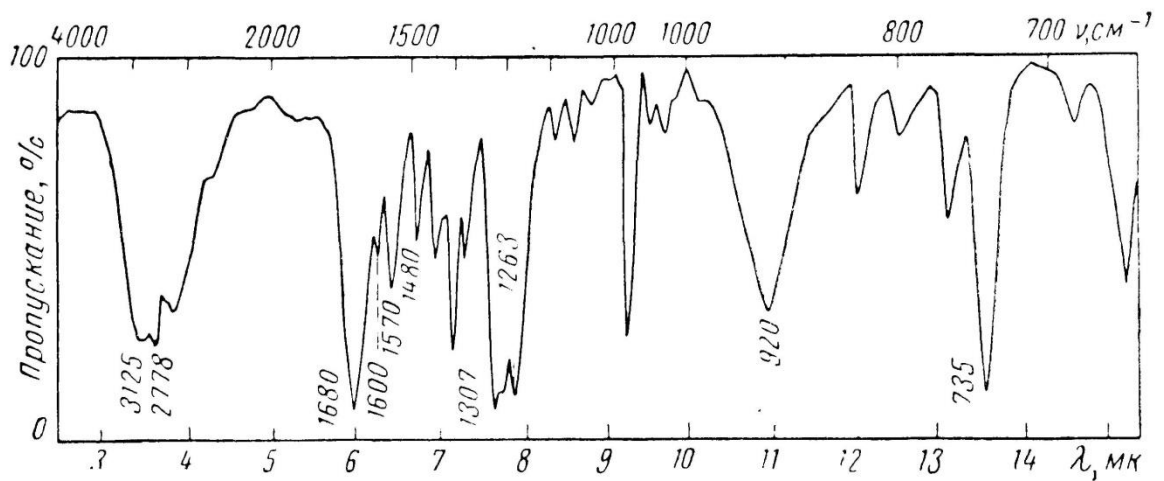


Рис 2. $C_7H_{13}ON$

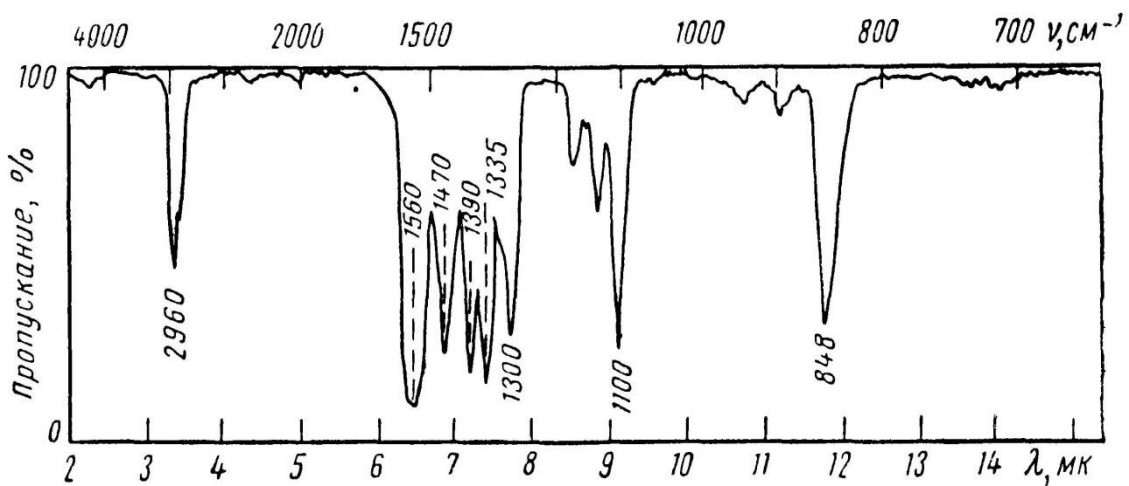


Рис 3. $C_3H_7O_2$

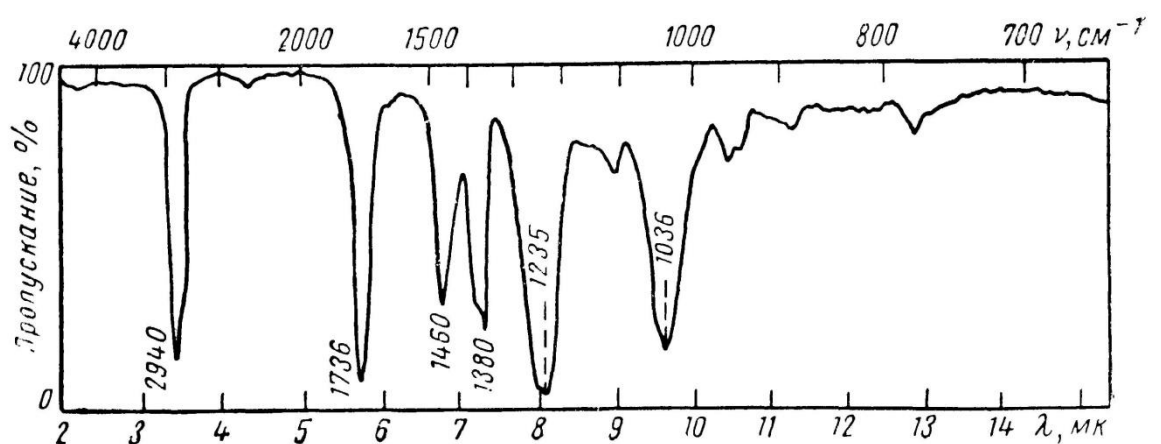


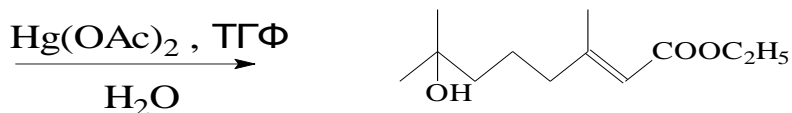
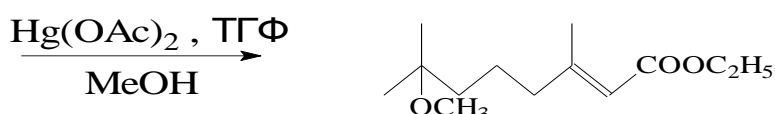
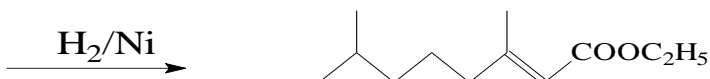
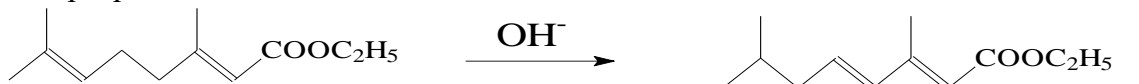
Рис 4. $C_8H_{16}O_2$

2. Лекарственное средство хлоксил[1,4-бис-(трехлорметил)бензол] применяют для лечения гельминтозов печени. Какую реакцию с ним провели, если в ИК-спектре появились полосы 1720 см^{-1} и $2400\text{-}3000\text{ см}^{-1}$.

3. В результате взаимодействия фенолята натрия с бензилхлоридом образовалось два соединения, в одном из которых в ИК-спектре присутствует полоса поглощения 3450см^{-1} . что это за продукт, какой образуется второй продукт и каков его ИК-спектр

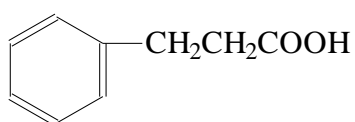
4. Установите строение соединения $\text{C}_7\text{H}_8\text{O}$, в ИК-спектре которого отсутствуют полосы поглощения в области $3700\text{-}3200\text{ см}^{-1}$, а избытком HI , только один взаимодействует с AgNO_2 .

5. Имеются превращения: По каким полосам в ИК-спектре можно судить о прошедших превращениях



5.

6. При некоторых превращениях в ИК-спектре произошли следующие изменения. Установите, что за превращения произошли?



ИК-спектр (ν , см^{-1})

A1 1500, 1600, 2950, 3080, 1735, 2830.

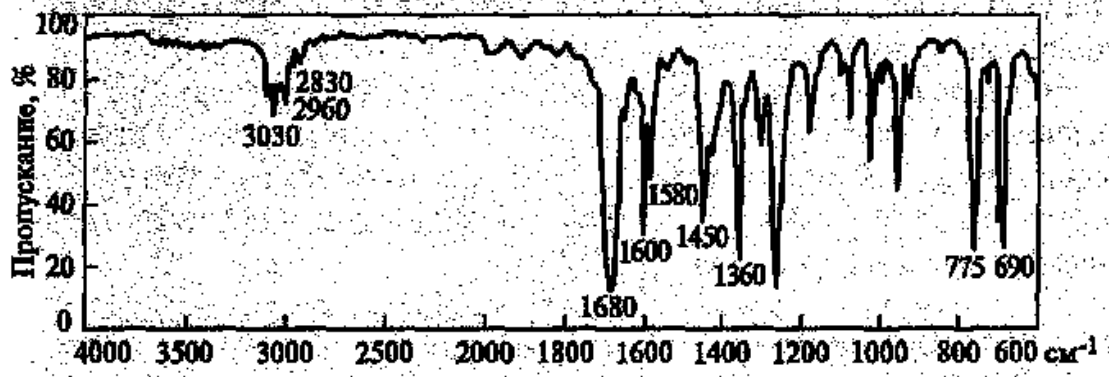
A2 1500, 1600, 2950, 3080, 3560

A3 1500, 1600, 1250, 1720, 1640, 3000, 3080

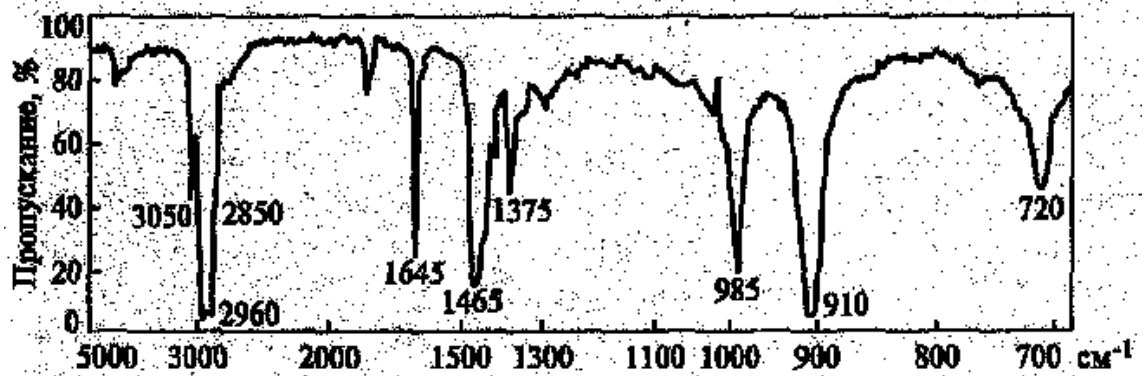
A4 1500, 1600, 1250, 1725, 2210, 3080

A5 1500, 1600, 2950, 1360, 1470, 2950, 3080

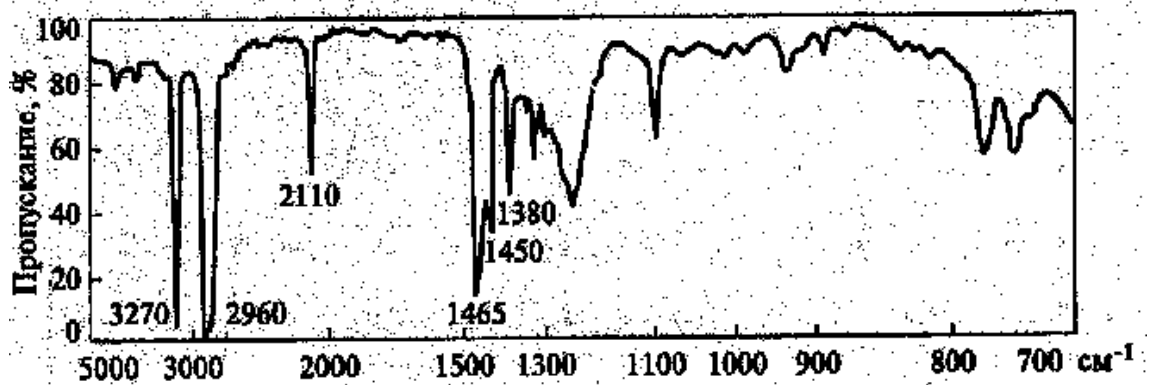
7. а) Сопоставьте полосы поглощения в ИК-спектре ацетофенона $\text{C}_6\text{H}_5\text{-CO-CH}_3$



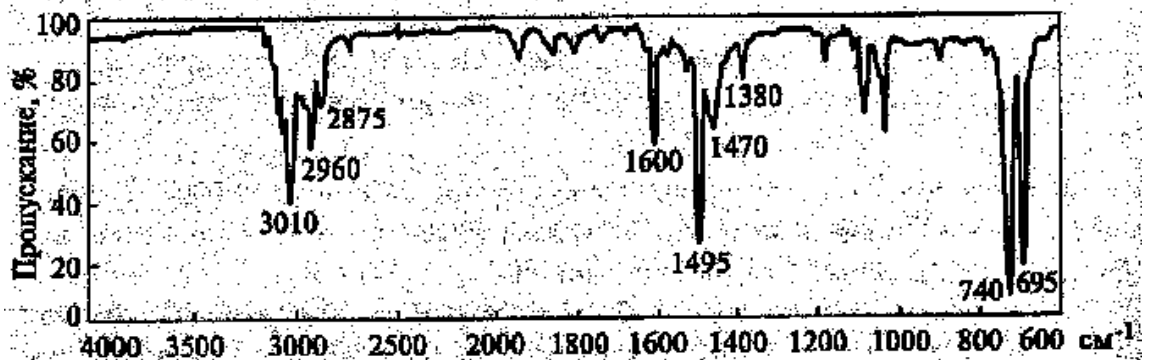
б) Сопоставьте полосы поглощения в ИК-спектре децена-1



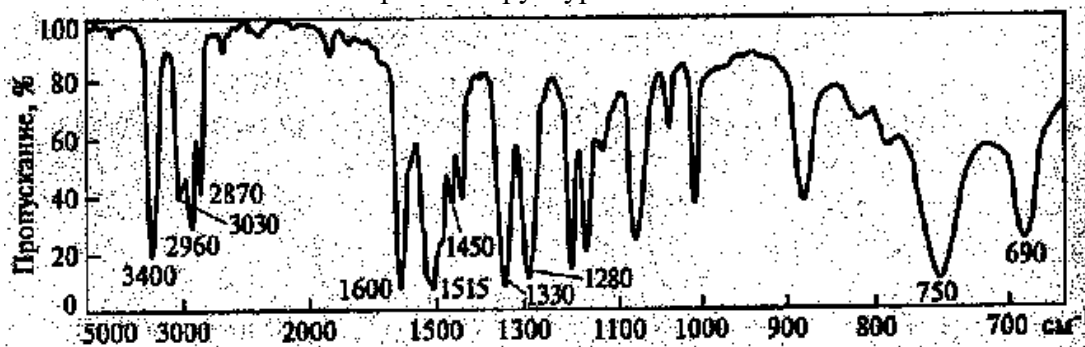
в) Соотнесите данные ИК-спектров со структурой гексина-1



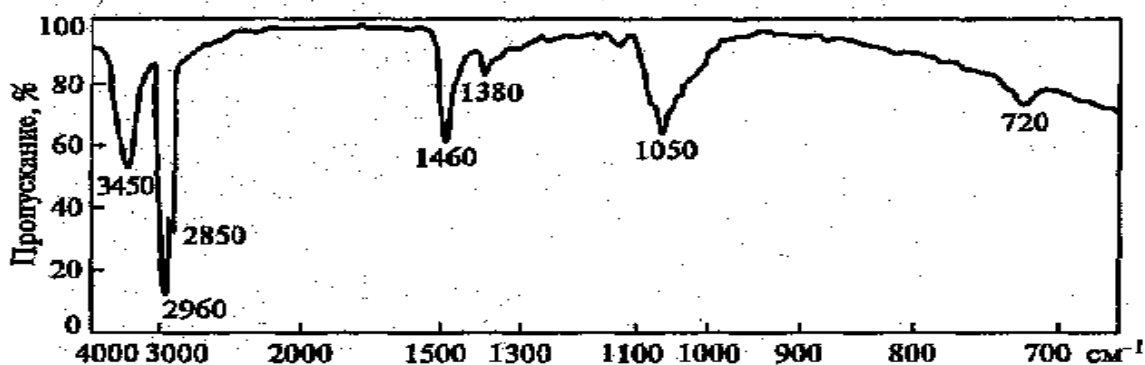
г) Соотнесите данные ИК-спектров со структурой толуола



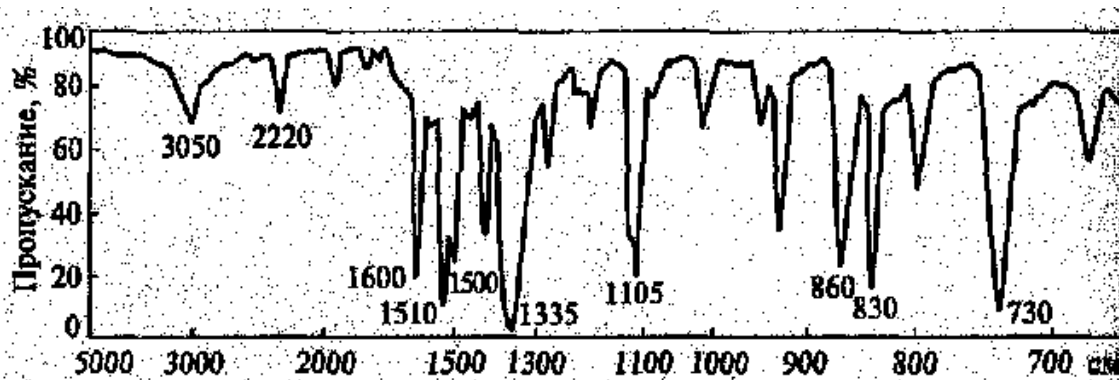
д) Соотнесите данные ИК-спектров со структурой N-метиланилина



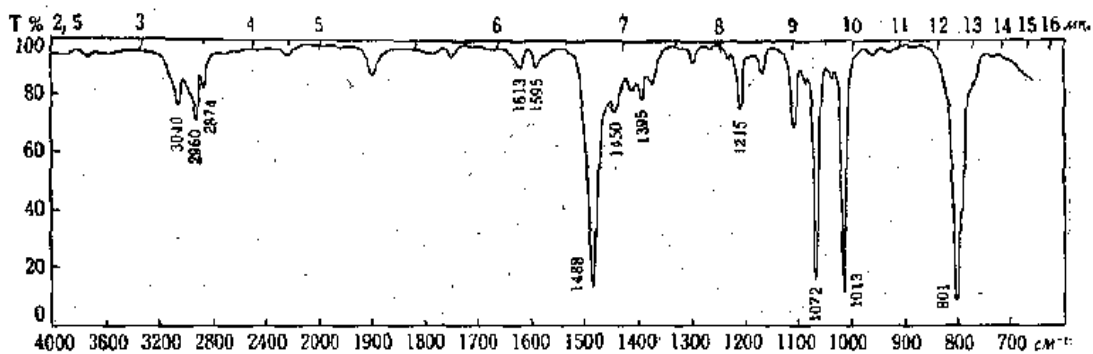
е) Из смеси, полученной в результате щелочного гидролиза спермацета, выделено низкоплавкое вещество состава C₁₆H₃₄O. Выскажите предположение о структуре соединения по его ИК-спектру.



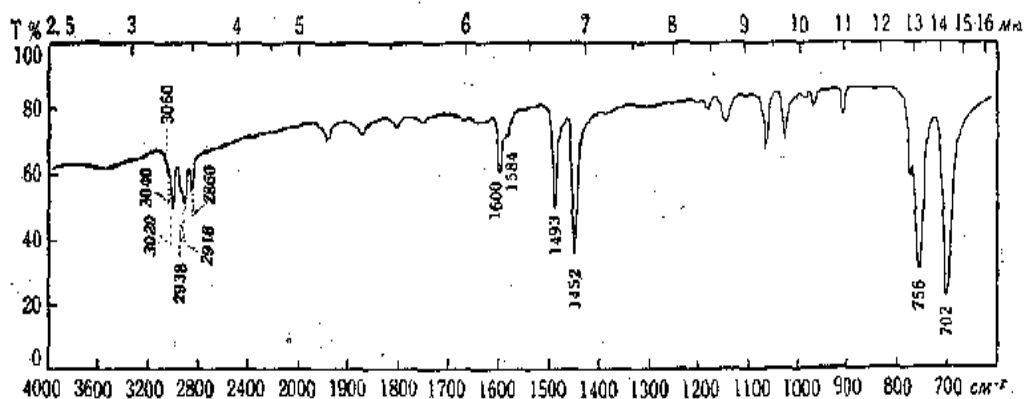
ж) На рисунке приведен ИК-спектр соединения состава C₈H₆N₂O₂. Определите, в какие функциональные группы входят атомы азота и кислорода, и по характеристическим частотам выскажите предположение о структуре соединения.



8. Определите структуру соединения C₇H₇Br, т.пл. 28,5°

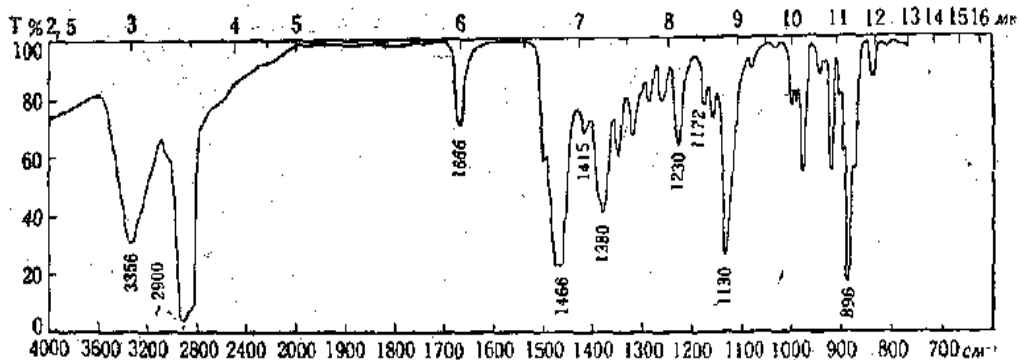


9. Определите структуру твердого вещества $C_{14}H_{14}$, т.пл. $51,8 - 52^\circ$



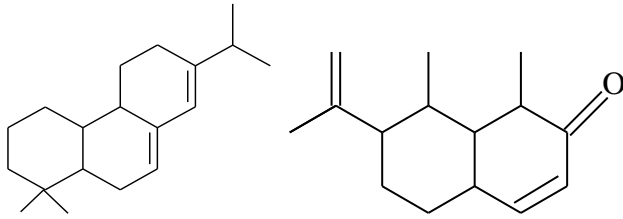
6.

10. Определите структуру монотерпена $C_{10}H_{18}O$. В ультрафиолетовой области нет заметных полос поглощения.



11. Какова структура продукта $C_{13}H_{22}O$, полученного при реакции дегидро- α -иона с хлористым водородом во вторичном бутиловом спирте при -13° в течение 10 дней? При применении этилового спирта в качестве растворителя был получен этиловый эфир этого продукта.

7.



Задача 2.

При нагревании (60°C) образца этилциклопентадиена ($\lambda_{\text{max}} 247 \text{ нм}$, $\epsilon 3400$) в течение 0,5; 1,0; 1,5; 2,5 и 4 ч в УФ-спектре (в гексане) наблюдается уменьшение мольного коэффициента погашения следующим образом 3400-0 ч; 2800-0,5 ч; 2400-1 ч; 2050-1,5 ч; 1650-2,5 ч; 1100-4 ч. Что за процесс происходит и определить для каждого момента времени степень превращения, считать, что для продукта реакции область 247 нм полностью прозрачна.

Задача 3.

Оцените положение равновесия в случае кетоенольной таутомерии ацетилацетона $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3 \rightleftharpoons \text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})=\text{CHCOCH}_3$

$\lambda_{\text{max}} = 275 \text{ нм}$
($\epsilon = 100$)

$\lambda_{\text{max}} = 270 \text{ нм}$
($\epsilon = 12000$)

для растворов вещества, в гексане, этаноле, воде, если в указанной области мольный коэффициент погашения равен 11 200, 9500 и 1900, соответственно.

Задача 4.

К какому классу относятся соединения $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$, если первое имеет полосу поглощения при 1710 см^{-1} и в УФ-спектре поглощает при 280 нм ($\epsilon = 15,85$), а второе полосу при 1732 см^{-1} и поглощения при 292 нм ($\epsilon = 25,2$).

Задача 5.

К какому классу относится соединение состава $\text{C}_7\text{H}_9\text{N}$, имеющее в ИК-спектре полосы поглощения в области $3500\text{-}3300 \text{ см}^{-1}$. УФ-спектр приведен на рис.1.

Задача 6.

На рис.2 приведены УФ-спектры трех соединений

1)А, $c = 10^{-4}$ моль/л, $l = 1$ 2)Б, $c = 2 \cdot 10^{-4}$ моль/л, $l = 1$ 3)В, $c = 28 \cdot 10^{-5}$ моль/л, $l = 1$.

Определить значения мольных коэффициентов погашения, λ_{max} указана на спектре.

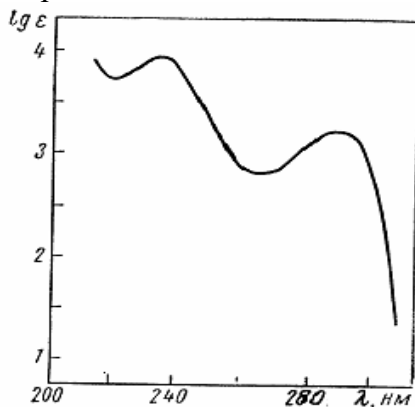


Рис.1.

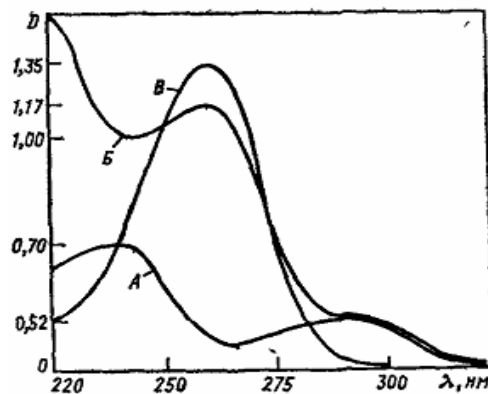
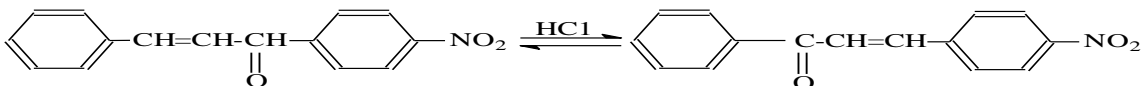


Рис.2.

Задача 7.

На рис.3 изображены УФ-спектры 3-п-нитрофенил-1-фенилпропен-3-она-1(1) 1-п-нитрофенил-3-фенилпропен-3-она-1(2) и их равновесной смеси, образующийся в присутствии соляной кислоты в водном диоксане какой спектр какому соединению соответствует?



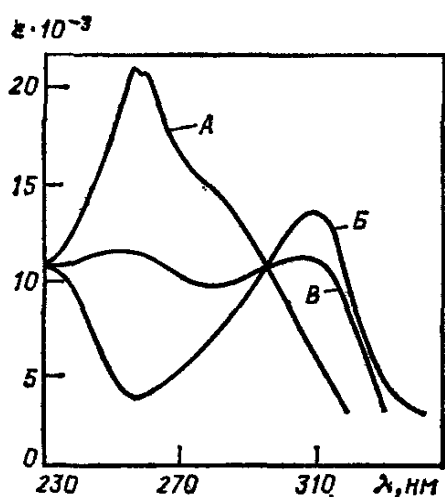


Рис.3.

Задача 8.

Вычислите значения молярных коэффициентов поглощения для максимумов в УФ-спектре и видимой области для окрашенного в красный цвет противоопухолевого антибиотика рубомицина. Спектр получен для раствора 4,49 мг вещества в 250 мл этанола и приведен на рис.4.

Задача 9.

Объясните, чем вызваны различия в УФ-спектрах гидроксилпропиофенона, полученного в циклогексане (А), этаноле (Б) и в водных растворах соляной кислоты (В при pH 3,0) и гидроксида натрия (Г, pH 11,0) $c=5 \cdot 10^{-5}$ моль/л) рис.5.

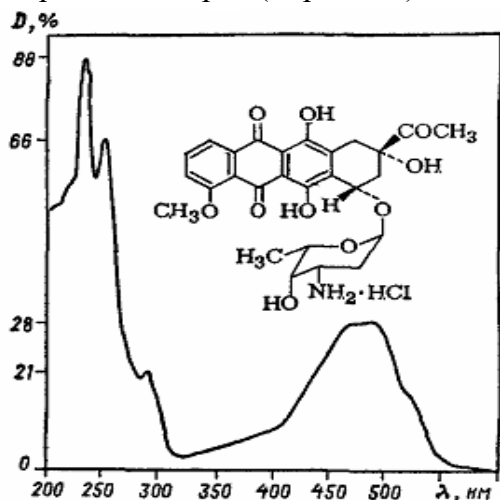


Рис.4.

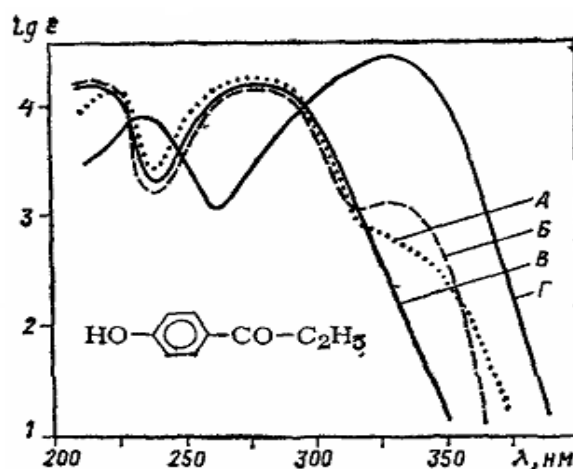
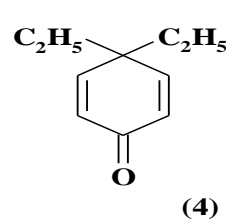
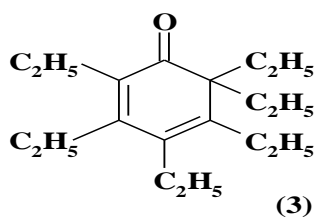
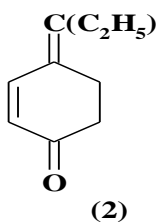
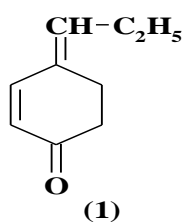


Рис.5.

Задача 10.

В УФ-спектре непредельных циклических кетонов (1-4), полученных в этаноле наблюдаются интенсивные максимумы поглощения при 234 нм ($\epsilon = 12700$); 286 нм ($\epsilon = 15200$), 304 нм ($\epsilon = 1710$) и 339 нм ($\epsilon = 11000$). Каким соединениям они соответствуют.



Задача 11.

Через кювету длиной 2 см пропустили свет с чистотой $\nu = 4,05 \cdot 10^4 \text{ см}^{-1}$. Определите λ и ε при $D=0,8$ в растворе, содержанием $1,5 \cdot 10^{-6}$ моль вещества в 83 мл гексана и предложите какие хромофорные группы могут присутствовать.

Задача 12.

Какую структуру предположительно будет иметь соединение формулы $C_5H_8O_2$, если в его ИК-спектре имеются полосы поглощения при 1670 и 1705 см^{-1} (сильные), а в УФ-спектре $\lambda_{\text{max}} 225 \text{ нм}$ ($\varepsilon = 11000$).

Задание 13.

Определите коэффициент поглощения для 1-метил циклогексадиенона-5, спектр которого приведен на рис.6 ($l=0,2$, растворено $0,0016 \text{ г}$ вещества в 20 мл этилового спирта).

Задание 14.

Структурные изомеры – бензиламин и м-толуидин имеют различные УФ-спектры, которые приведены на рис.7. Соотнесите кривые 1 и 2 в УФ-спектрах со структурами, объясните наблюдаемые различия.

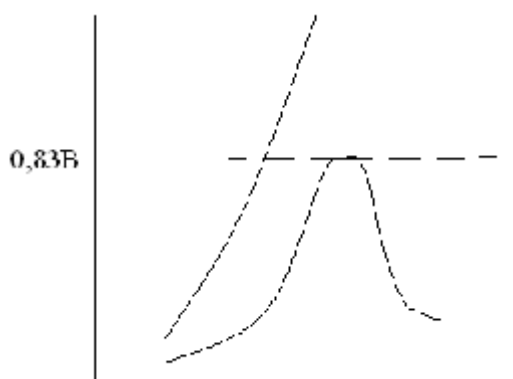


Рис.6.

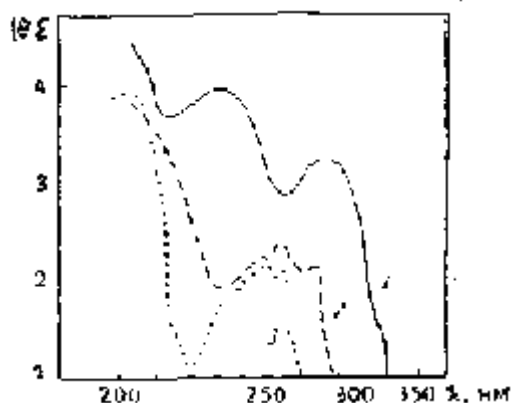


Рис.7.

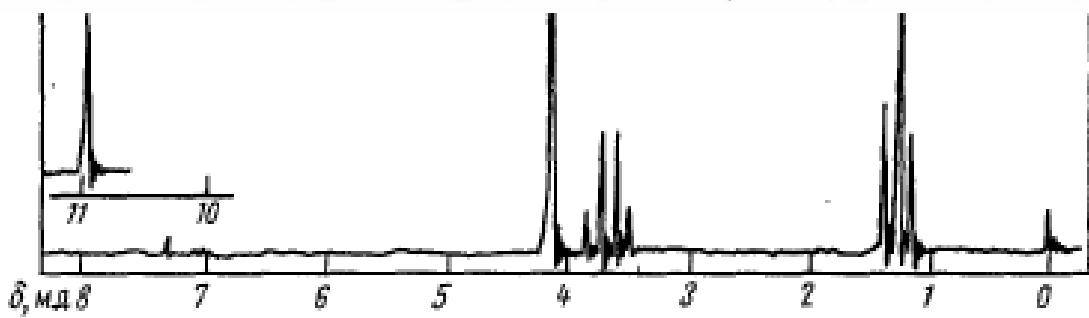
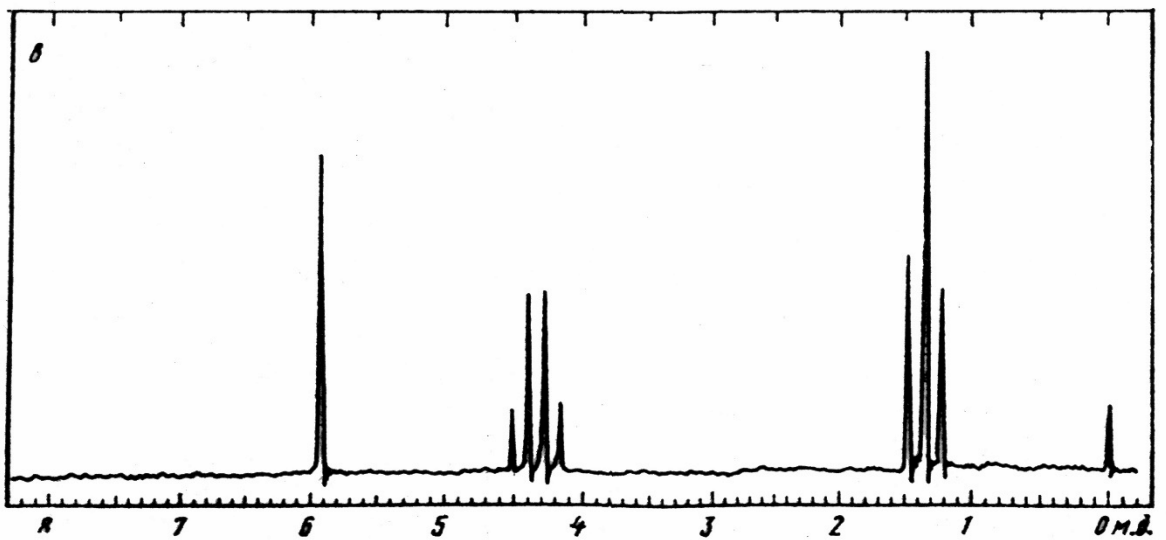
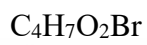
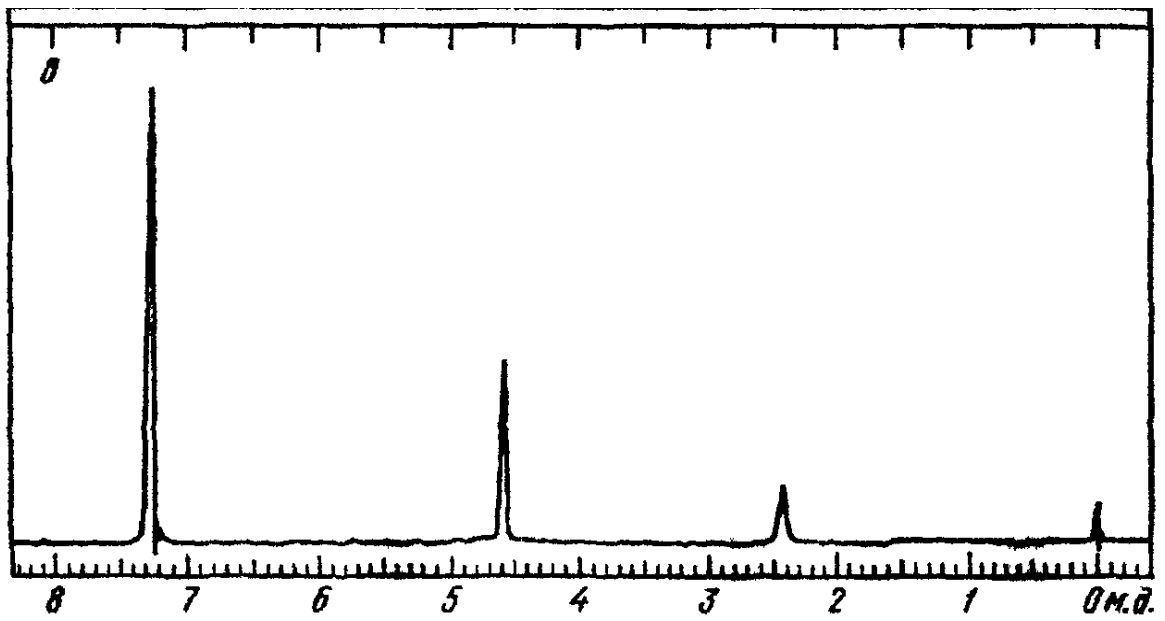
Критерии оценки - 2 балла:

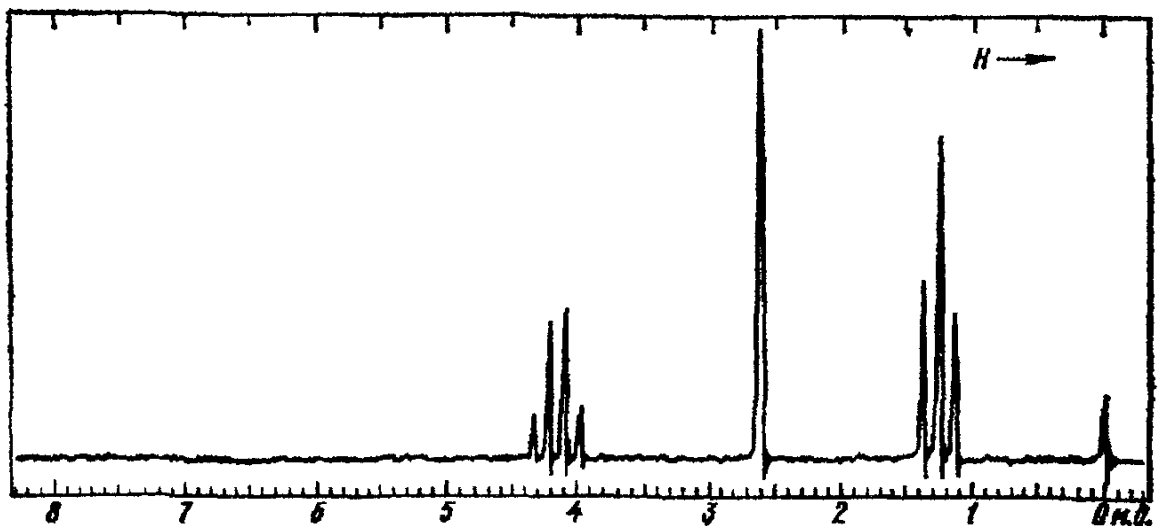
- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 50 - 79 % задания;
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил меньше 50% задания.

2. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса:

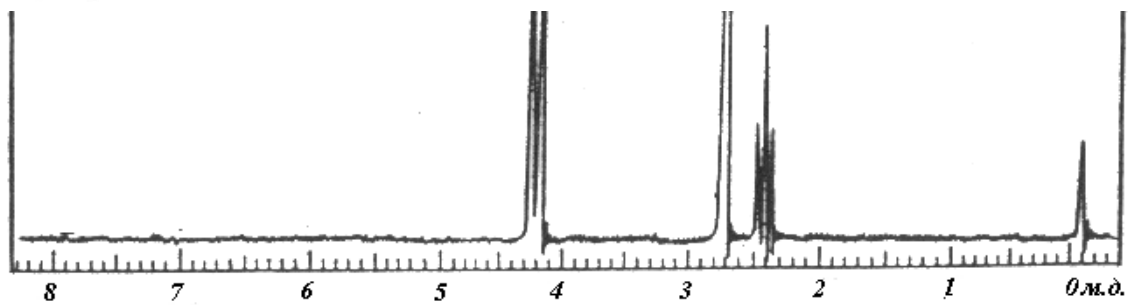
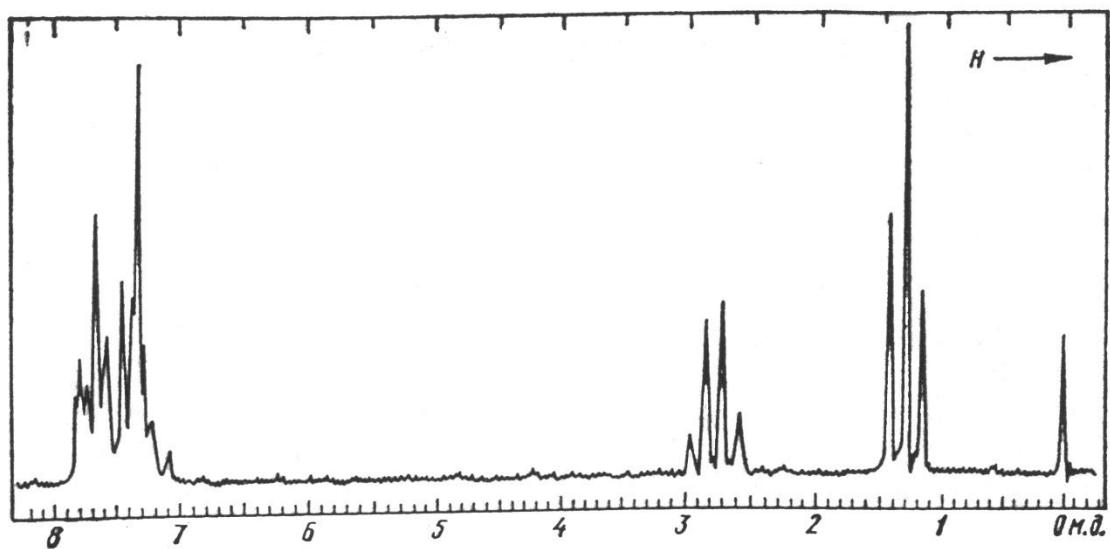
Установите строение соединений по их ЯМР-Спектрам:



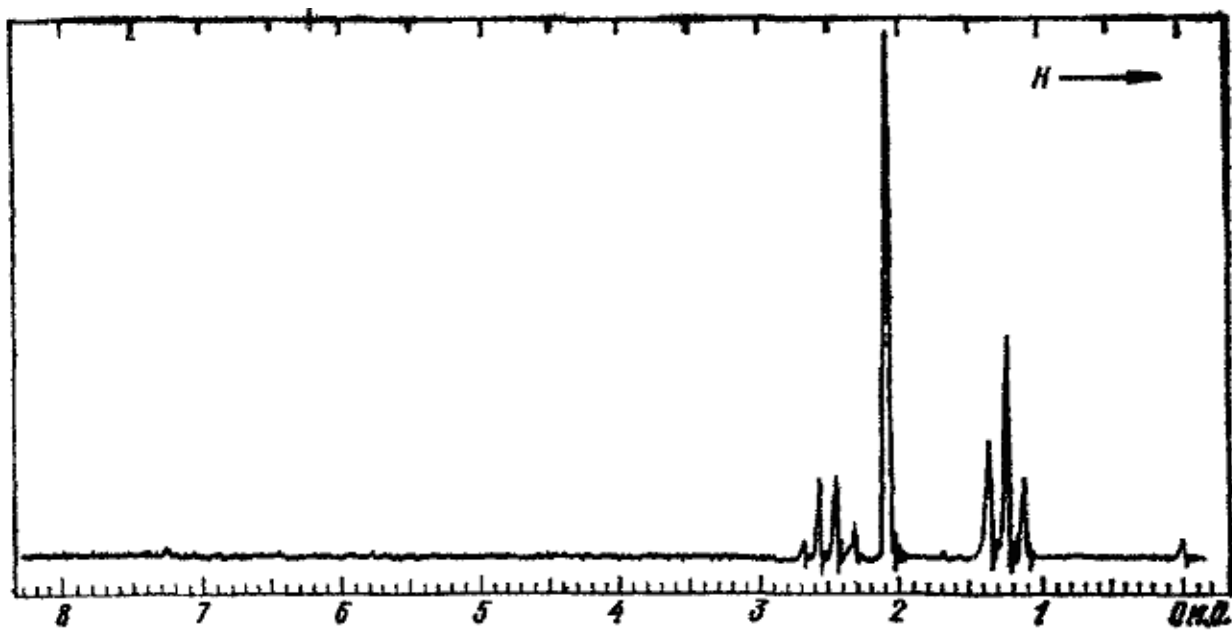




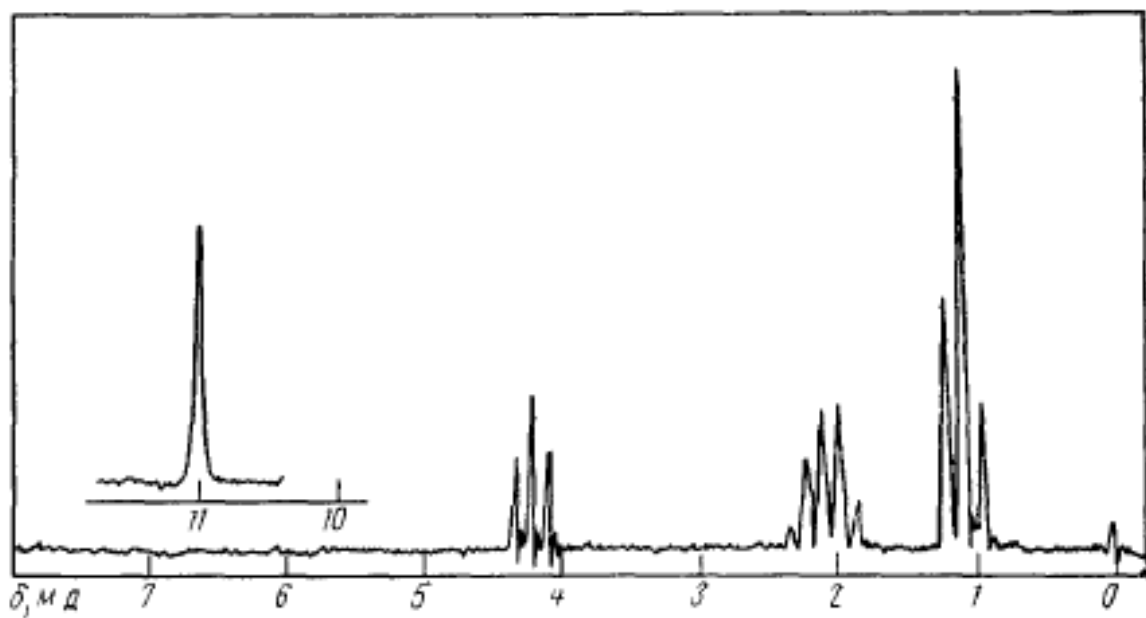
$\text{C}_{12}\text{H}_{12}$



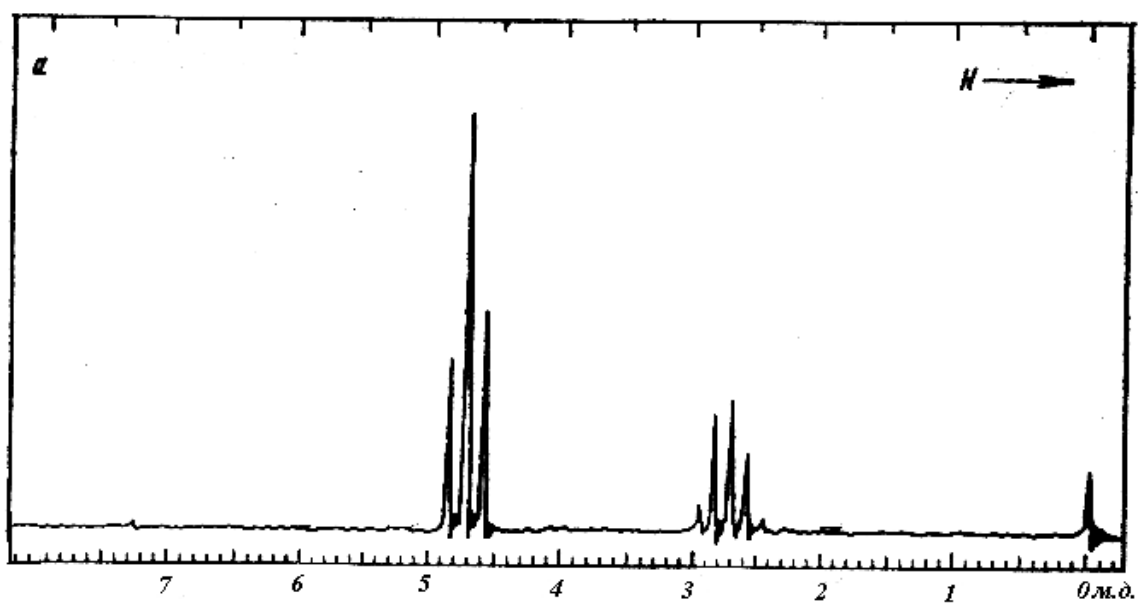
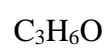
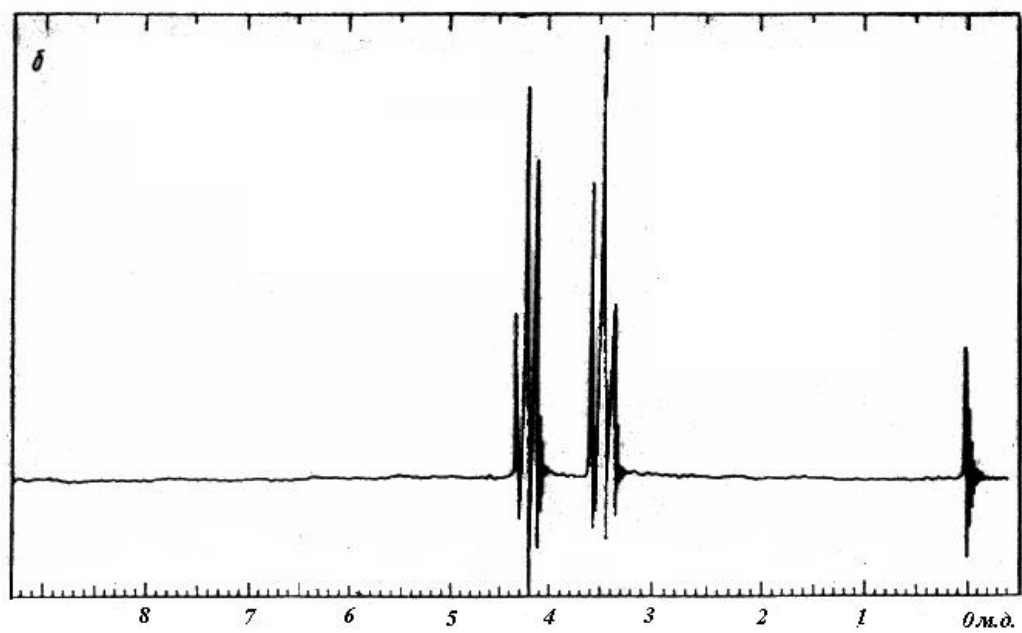
В соединении содержится 1 атом серы S и 3 атома углерода C

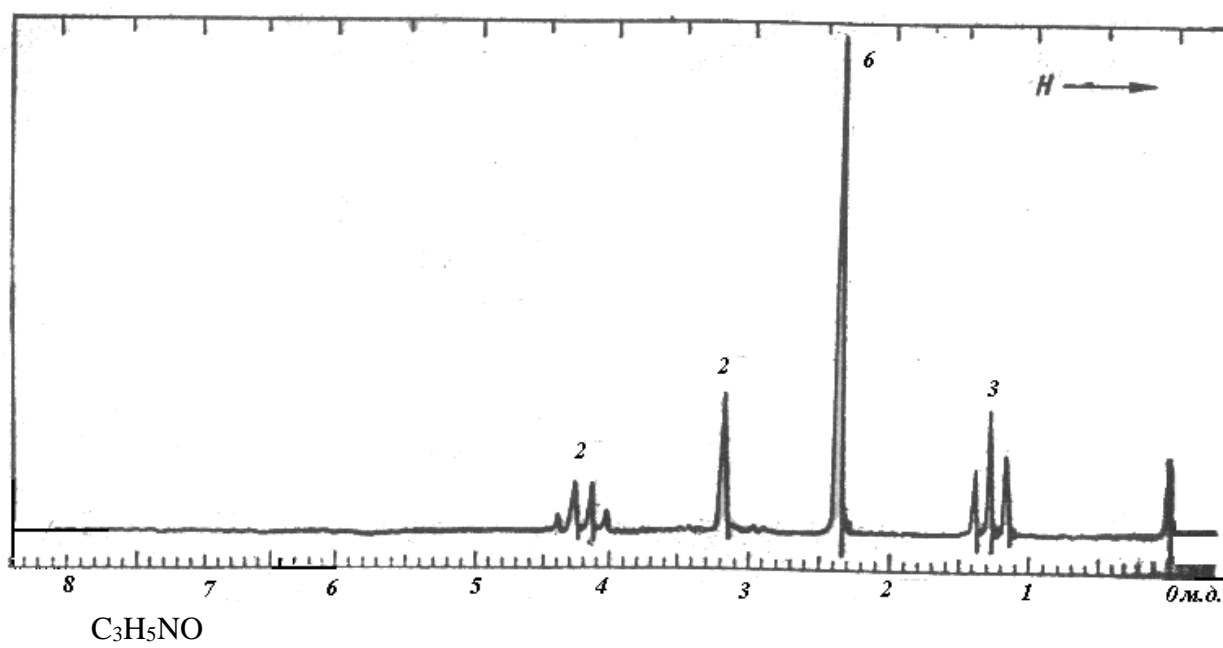
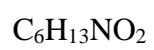
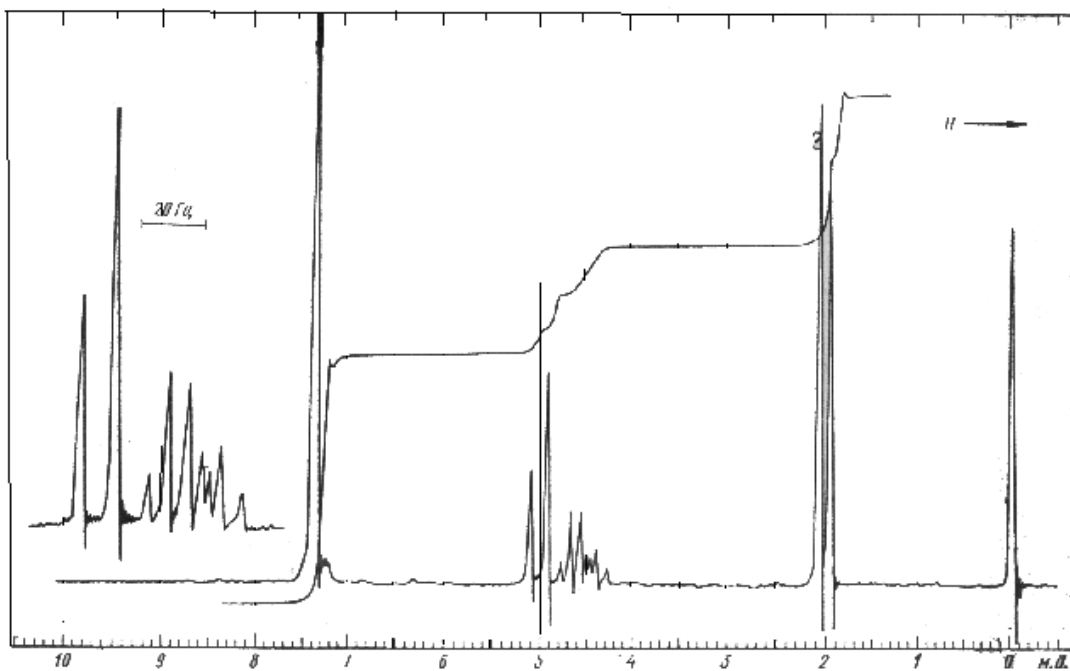


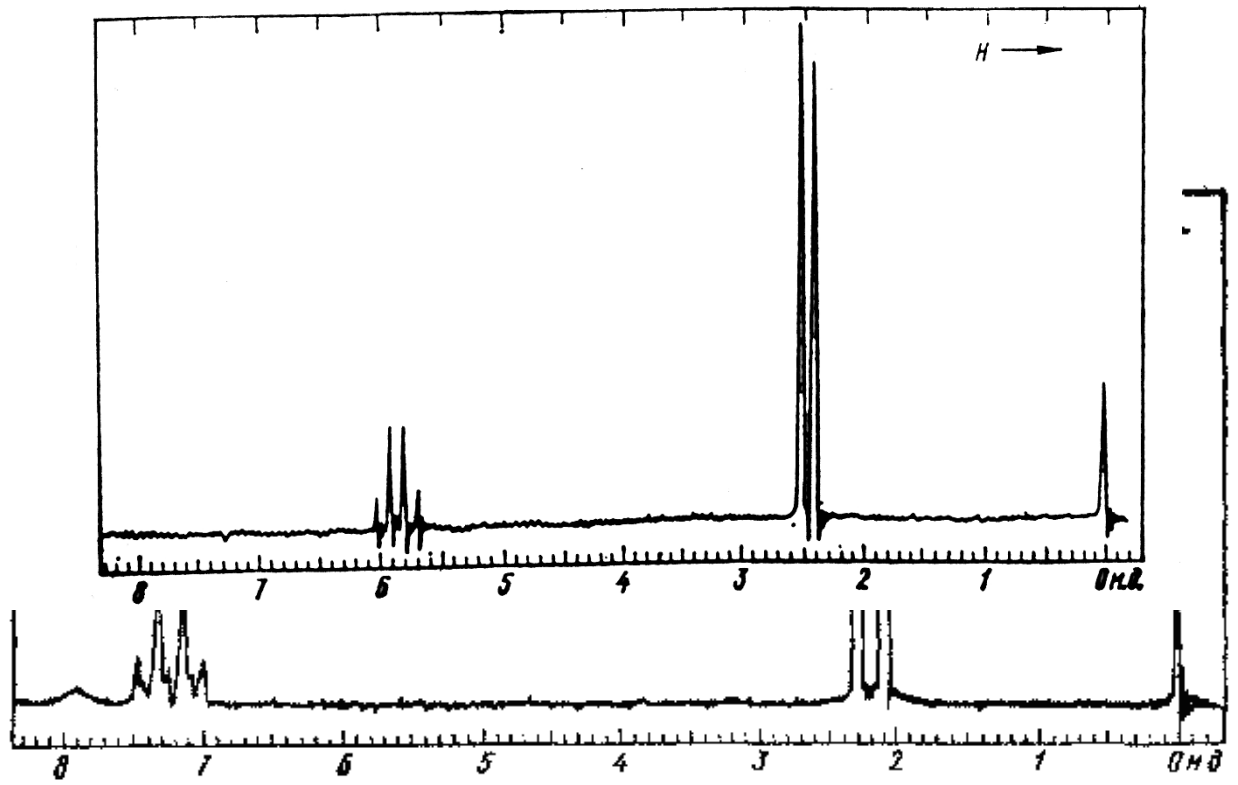
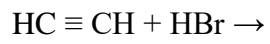
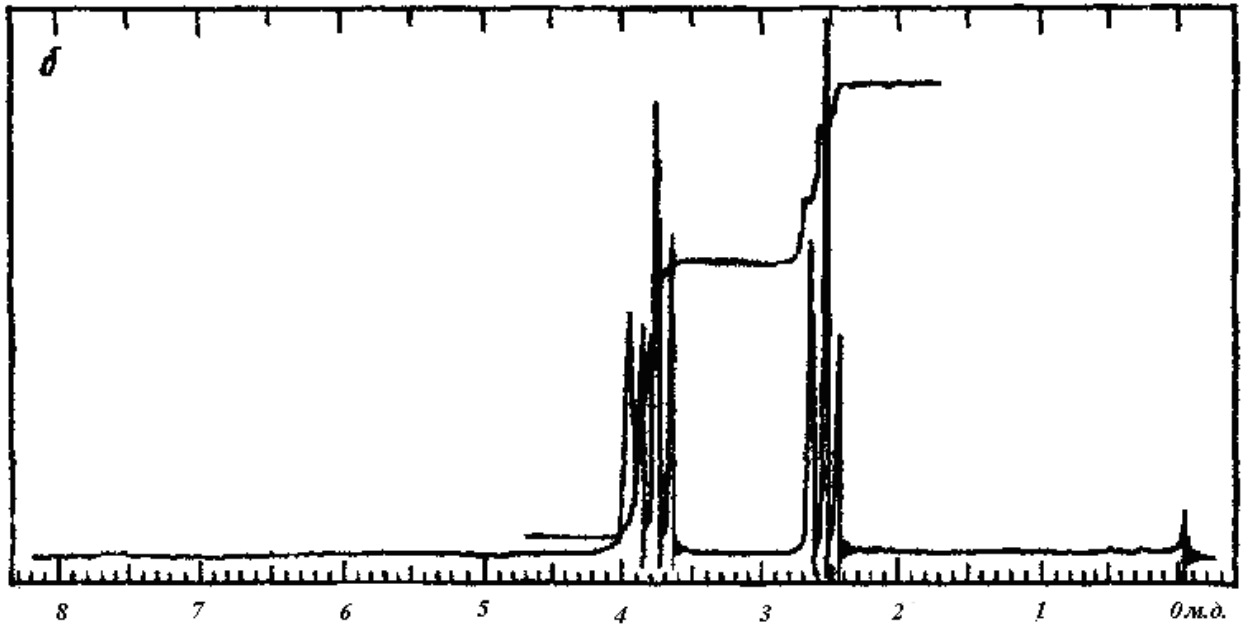
$C_4H_7O_2Br$



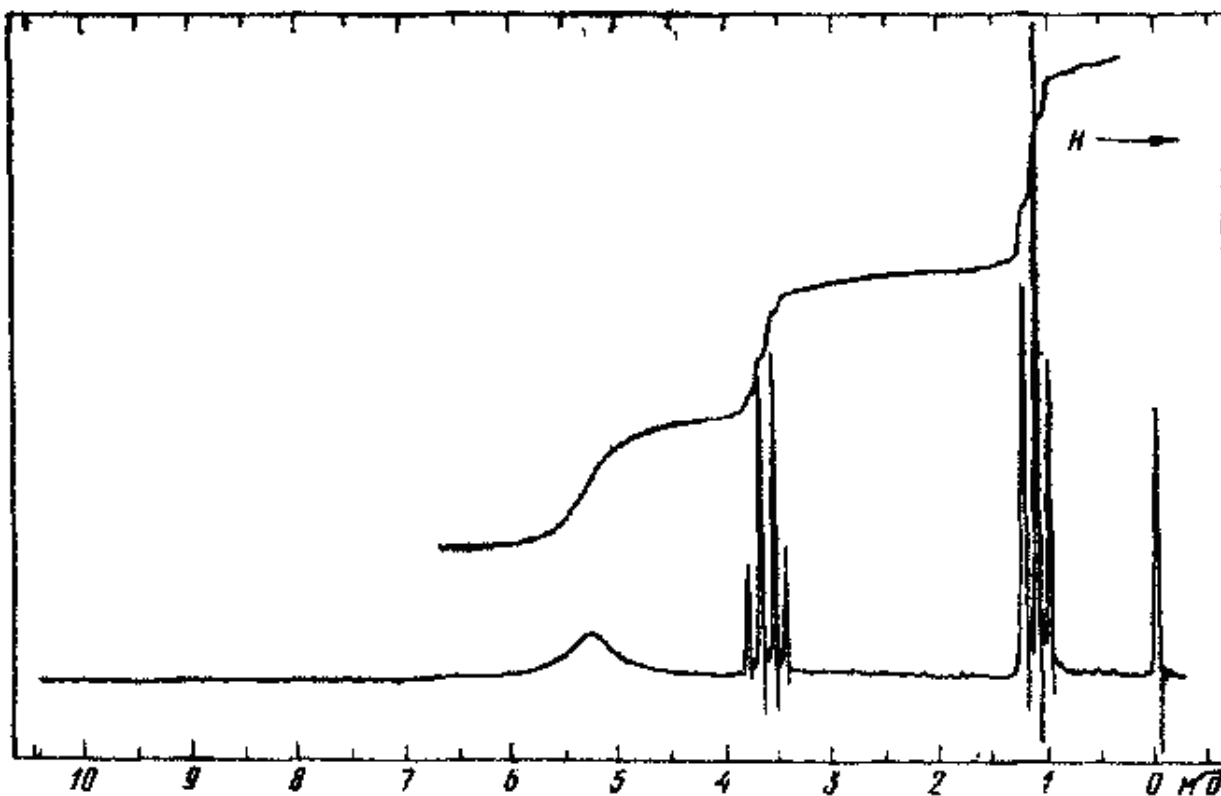
$C_3H_4O_2$



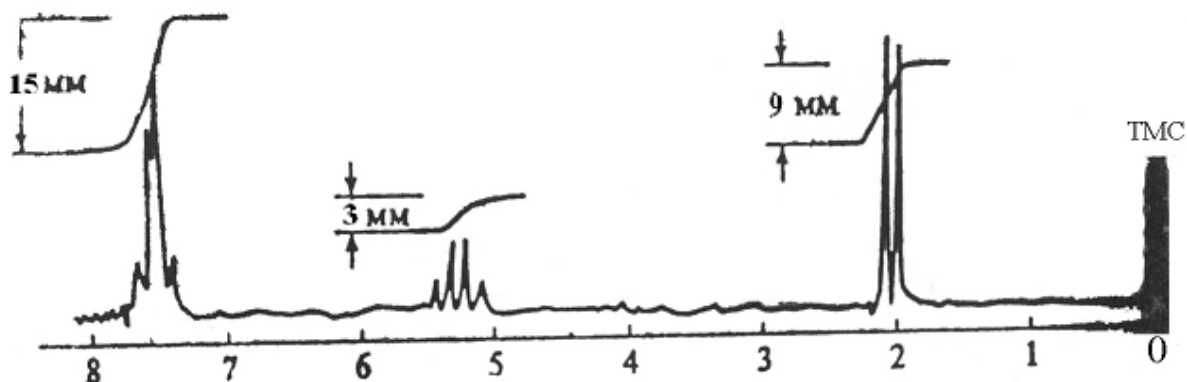




В соединении содержится 1 атом азота N и 1 атом кислорода O

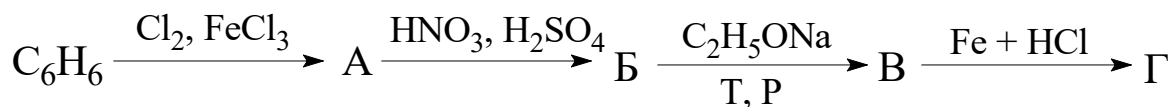


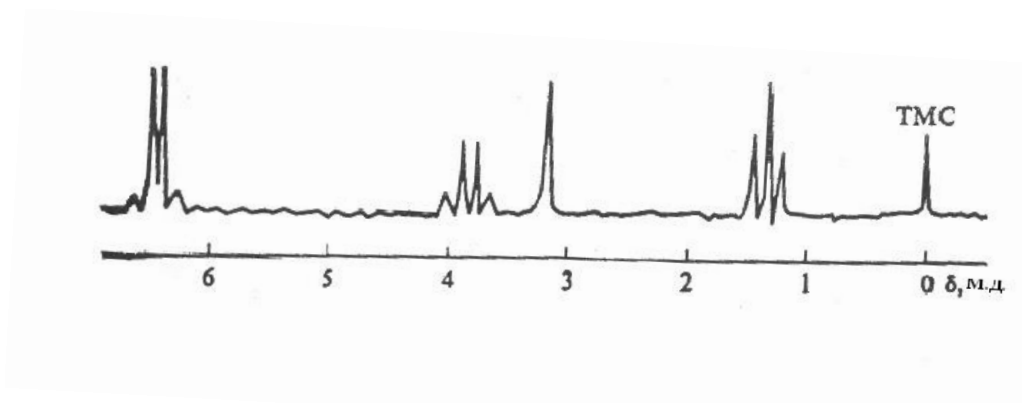
В соединении формулы C_8H_{10} осуществили замену одного атома водорода на галоген, при этом ПМР – спектр продукта реакции имеет вид, приведенный ниже. Что это за продукт, каковы условия реакции?



При медленном прикапывании 1 моль $t - BuOH$ в кипящую смесь этанола с 2,5 кратным количеством 15%-ого раствора серной кислоты с высоким выходом образуется соединение, устойчивое к щелочному гидролизу и не обесцвечивающее бромную воду. Сигналы этого соединения в спектре ПМР наблюдаются в виде триплета 1,1м.д. (3H), синглета 1,15м.д. (9H) а квартета 3,37м.д. (2H). Установите строение продукта реакции

Используя спектр ПМР соединения Г, определите его структуру.





Используемый в составе некоторых кровезаменителей амин состава $C_9H_{21}N$ имеет спектр ПМР, приведенный на рисунке 17.4. Определите его строение, если известно, что он образует соль с соляной кислотой HCl , но не взаимодействует с Ac_2O и HNO_2 .

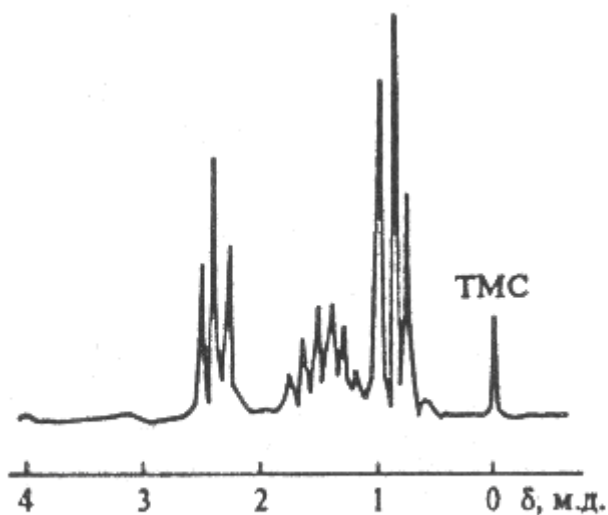


Рис. 17.4. Спектр ПМР соединения $C_9H_{21}N$

Соотнесите данные спектра со структурой

Практикум по органической химии под редакцией Н.С. Зефирова, М.:, Бином. Лаборатория знаний, с.359,360, 369395,407,465,517

Критерии оценки - 2 балла:

- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 50 - 79 % задания;
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил меньше 50% задания

Задание по применению всех методов

5.1. Соединение общей формулы $C_{10}H_{18}O_4$ имеет в ИК-спектре полосы поглощения при 1745 см^{-1} и 1250 см^{-1} , а в ПМР-спектре имеются триплет при 1,25 м.д., квартет при 4,23 м.д. и два мультиплета при 1,56 и 2,38 м.д. Продукт его нагревания с этилатом натрия имеет в ЯМР-спектре сигналы углеродных атомов при 208, 168, 52, 46, 34, 29 и 13,8 м.д., а ИК-спектр содержит полосы поглощения при $1745, 1710, 2980\text{ см}^{-1}$. В ПМР-спектре продукта реакции

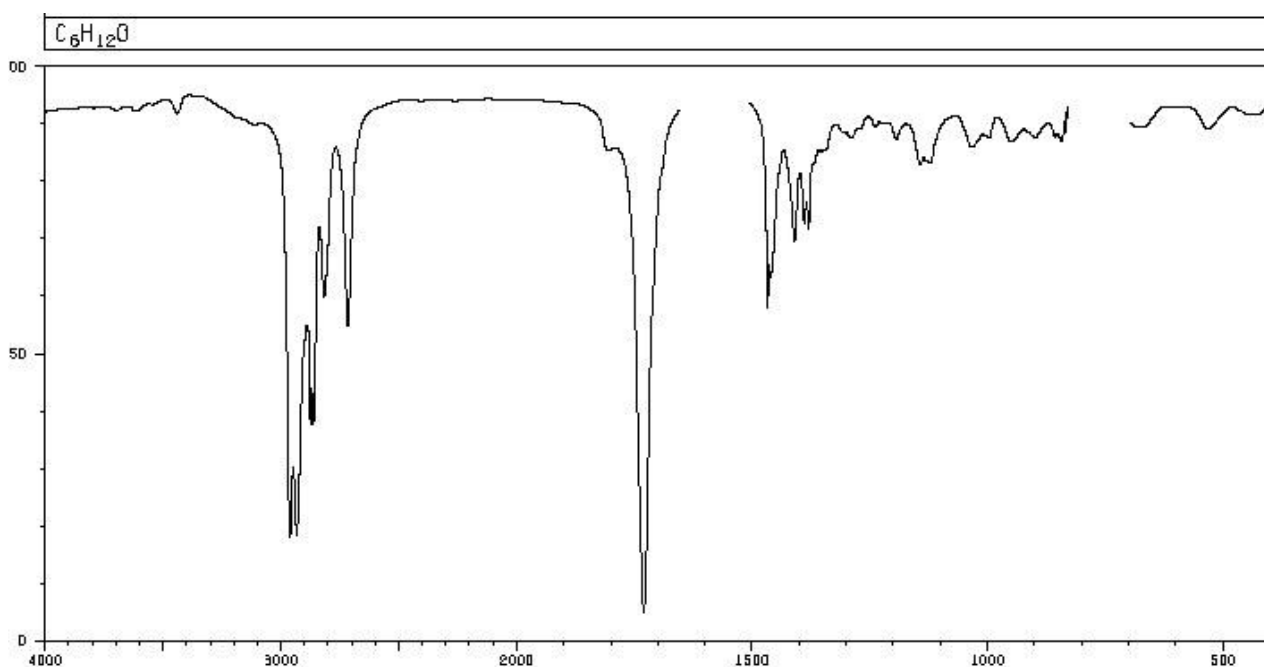
содержатся: 1, 25 т., 2,4 т., 2,8 т., 1,68 м., 4,12 к. с соотношением интенсивностей 3:2:1:4:2. Установите структуру исходного соединения и продукта реакции.

5.2. При взаимодействии (R) -2-бром-3-метилбутана с этилатом натрия образуется смесь двух продуктов. Площади пиков хроматограммы равны $S_A = 254 \text{ мм}^2$, $S_B = 392 \text{ мм}^2$. Поправочные коэффициенты равны 1,09 и 0,94, соответственно. Установите соотношение компонентов в смеси, определите их структуры, если соединение А-оптически активно и содержит в ИК-спектре полосу поглощения при 1160 см^{-1} .

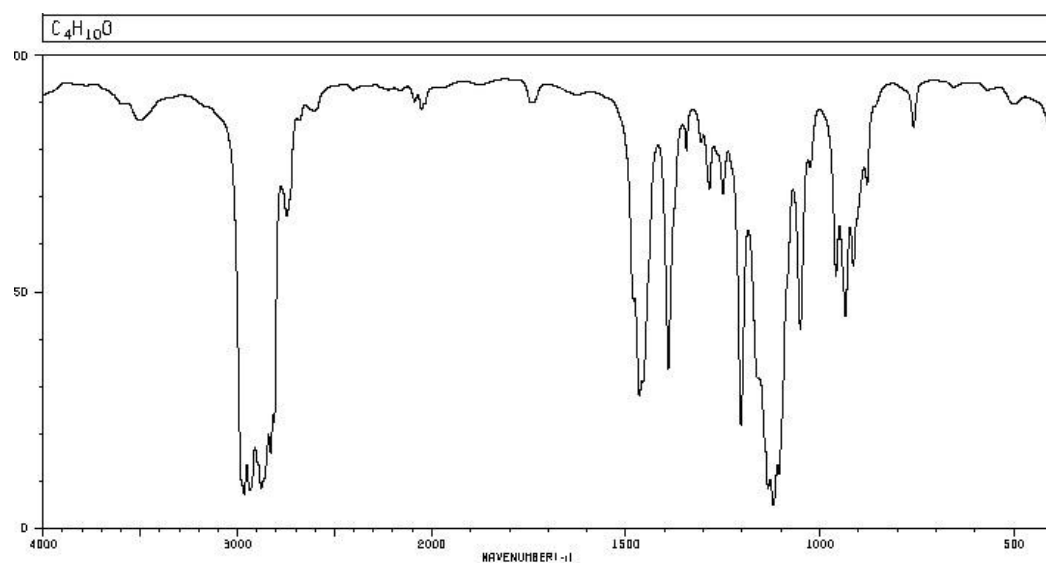
5.3. В масс-спектре соединения присутствует молекулярный ион при 114 M/Z. Установите его структуру, если в ПМР-спектре имеется синглет при 1,0 м.д., дублет при 1,11 м.д., дублет при 1,53 м.д. и мультиплет при 1,64 м.д.

5.4. Установите структуры по приведенным спектрам

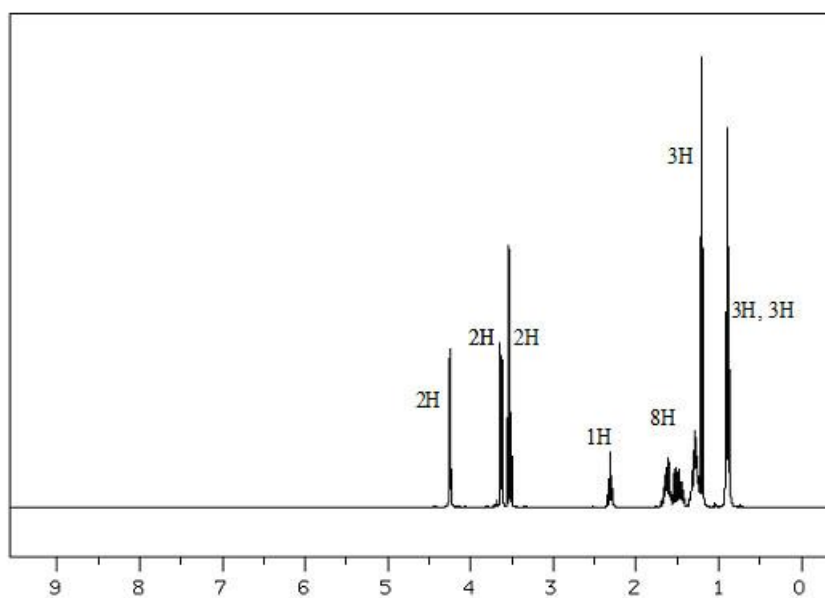
К какому классу относится соединение, ИК-спектр которого приведен на рис., молекулярная формула вещества $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$. Проведите соотнесение сигналов в спектре этого соединения.

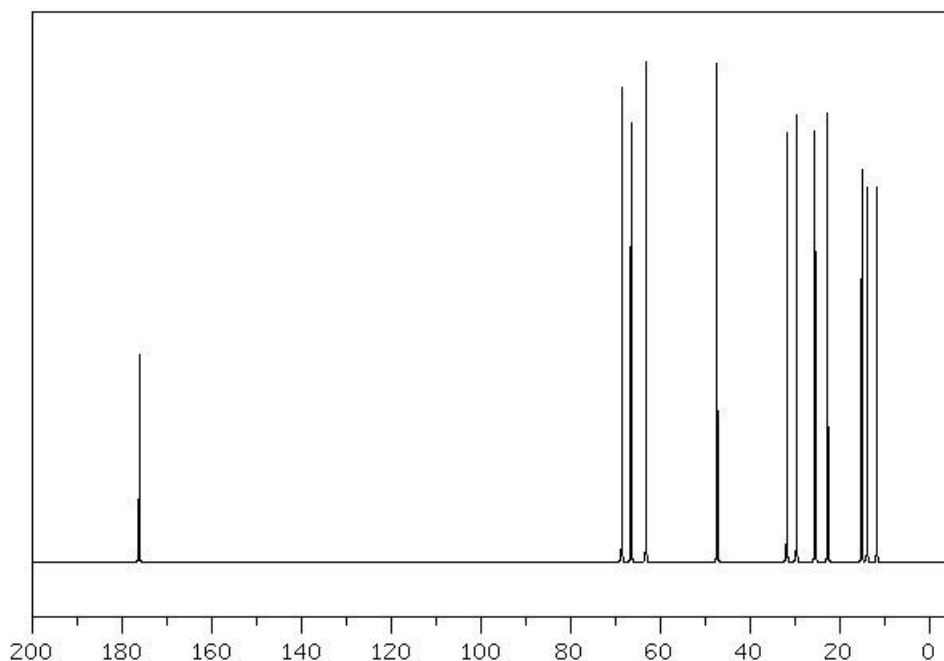


Установите строение органического соединения, ИК-спектр которого приведен ниже.
Брутто-формула вещества $C_4H_{10}O$.



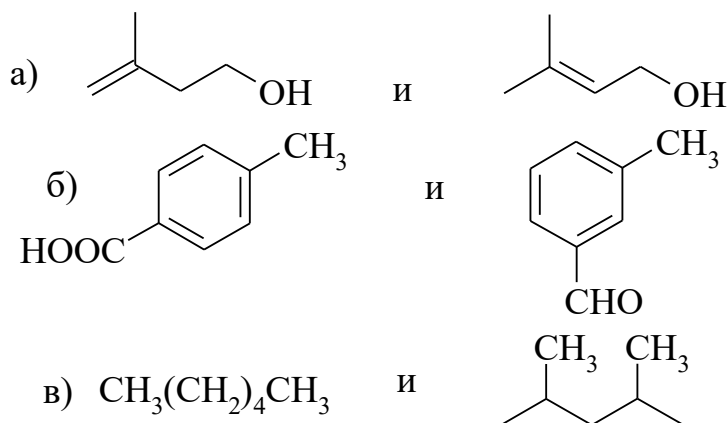
Установите строение вещества, имеющего брутто-формулу $C_{12}H_{24}O_3$. Для решения задачи используйте его ЯМР 1H и ^{13}C спектры, приведенные ниже.





5.5. Установите строение соединения состава $C_7H_{15}NO$, в результате гидролиза которого получилось два соединения А ($C_4H_8O_2$) – жидкость. Взаимодействующая с выделением газа с K_2CO_3 , в ИК-спектре которого имеется широкая полоса при $3000-2500\text{ см}^{-1}$ и интенсивная полоса при 1715 см^{-1} , а в ПМР-спектре есть дублет при 1,2 м.д.(6H), мультиплет 2,5 м.д.(1H) и синглет при 10 м.д.. Второе вещество В (C_3H_9N) при взаимодействии с азотистой кислотой дает соединение состава $C_3H_8N_2O$ имеет в ПМР –спектре триплет при 1,2 м.д., синглет при 3,1 м.д. и квартет при 3,25 м.д.

5.6. С помощью каких спектральных методов можно отличить друг от друга следующие вещества, опишите характеристические признаки.

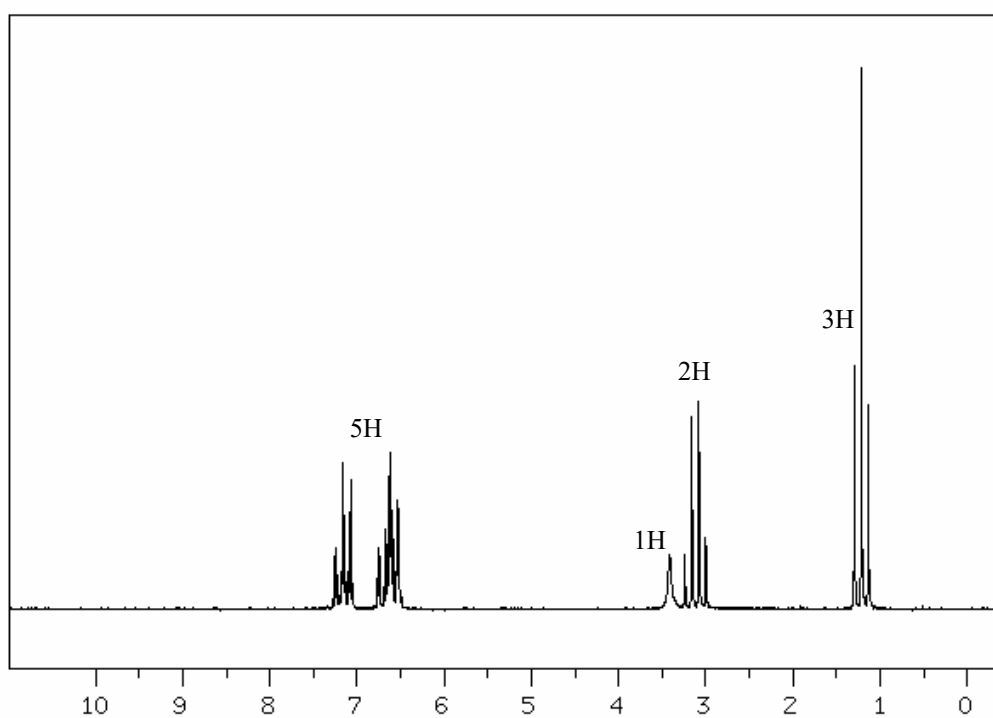
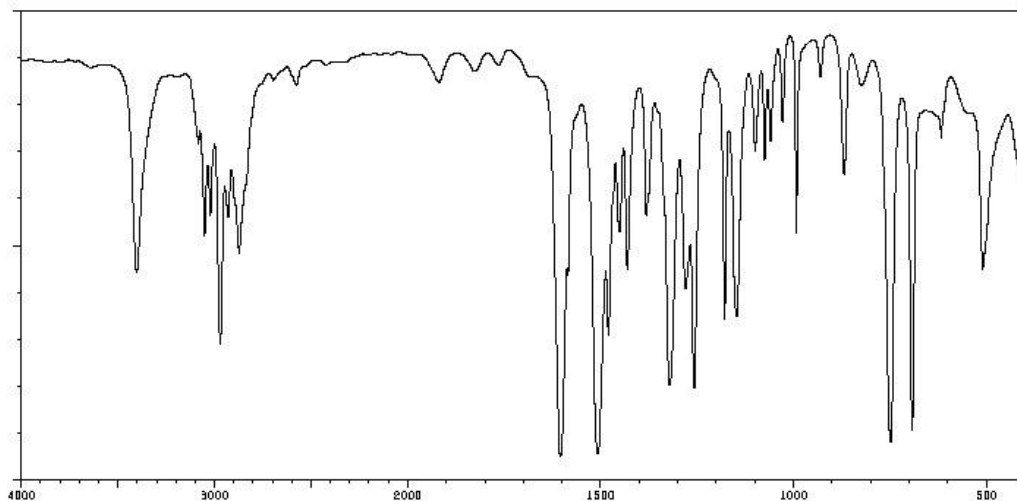


5.7. Для соединений 1, 2 и 3 найдите соответствующие им химические сдвиги в приведенных описаниях ЯМР 1H спектров. Соотнесите сигналы со структурой и нарисуйте расчётные спектры ЯМР ^{13}C этих соединений.

1 $CH_2Cl - CHCl - CH_2Cl$ а) 3,77 д и 3,97 д (4H), 4,2 м (1H)

2 $CH_3 - CCl_2 - CH_2Cl$ б) 2,68 к (2H), 1,34 т (3H)

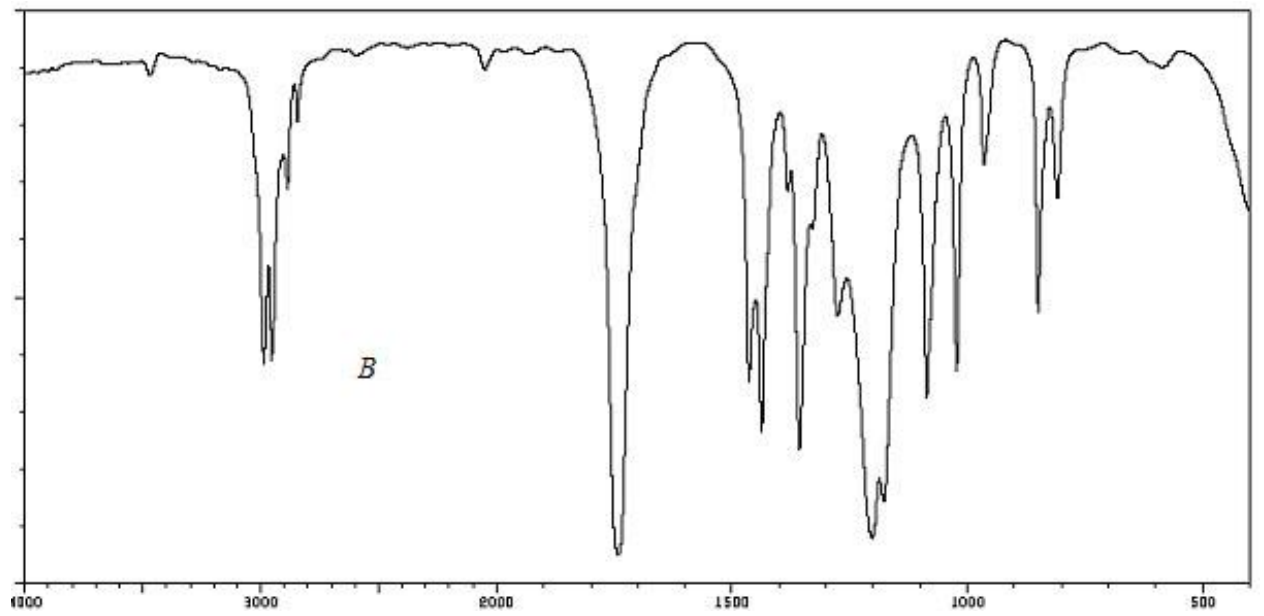
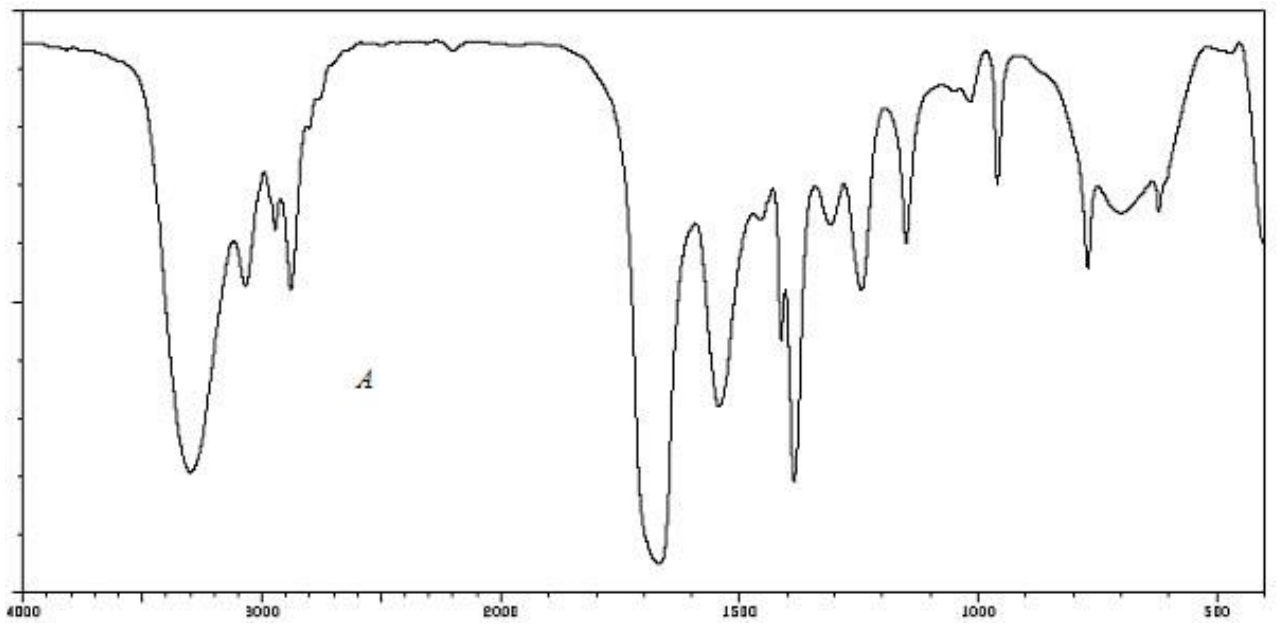
5.8. Установите строение соединения формулы $C_8H_{11}N$, чьи ИК- и ЯМР 1H -спектры приведены на рис. 175.

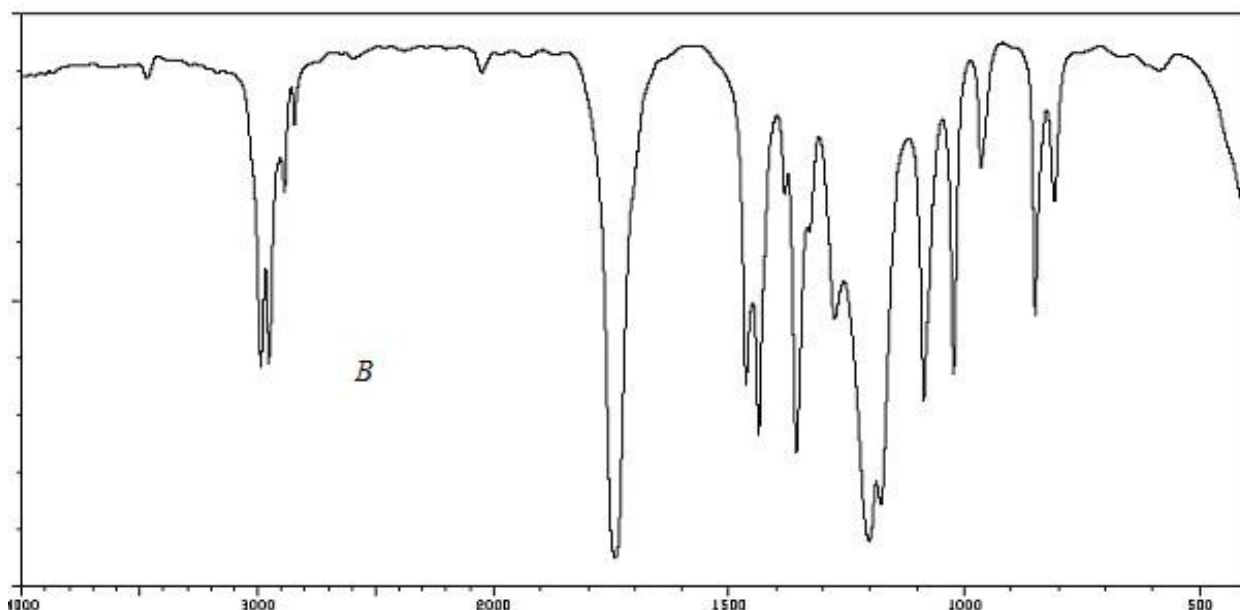


5.9. Ниже приведены ИК-спектры следующих соединений



Соотнесите спектры со структурами и для метилового эфира уксусной кислоты приведите расчетные ЯМР 1H и ^{13}C спектры.





Критерии оценки - 2 балла:

- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 50 - 79 % задания;
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил меньше 50% задания.

Пример контрольных заданий по теории Хроматография

1. Классификация типов хроматографии по характеру фаз
2. Требования, предъявляемые к подвижной фазе в жидкостной и газожидкостной хроматографии
3. Система подачи газа в газовый хроматограф
4. Приемы ввода исследуемой смеси для выполнения анализа
5. Основы принципа разделения веществ на твердых носителях, показатели качества разделения
6. Влияние параметров хроматографической колонки, вида неподвижной фазы и соотношения ее с твердым носителем на качество разделения в газожидкостной хроматографии
7. Основные типы детекторов, применяемых в газовой хроматографии. Принцип работы катарометра.
8. Почему при нормировании хроматограмм приходится учитывать поправочные коэффициенты для различного вида детекторов?
9. Как осуществлять анализ методом ГЖХ, если вещества близки по свойствам
10. Анализ скорости потока элюента в жидкостной хроматографии
11. Нарисуйте гипотетическую хроматограмму, состоящую из двух пиков и приведите основные параметры, описывающие хроматографический пик (коэффициенты разделения, распределения, эффективность колонки).
12. Источники ошибок в газовой хроматографии. Относительная и абсолютная ошибка.
13. Абсолютная калибровка в хроматографии. Сущность данного метода и границы применимости, метод стандартной добавки

Критерии оценки - 4 балла:

- 4 балла выставляется студенту, если он выполнил 100 - 84 % задания;
- 3 балла выставляется студенту, если он выполнил 83-55% задания.
- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 54 - 40% задания
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 39- 20% задания
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил менее 20% задания

Контрольная работа по ИК-спектроскопии

1. Основные виды взаимодействия электромагнитного излучения с веществом, отклик, вызываемый ими в молекуле
2. Законы Бугера и Бугера-Бера, границы их применимости
3. От чего зависит местоположение полосы поглощения и ее интенсивность в ИК-спектре
4. Деформационные колебания и их типы, область отпечатков пальцев
5. Требования к чистоте образца при снятии ИК-спектра
6. Как снимают ИК-спектры для твердых веществ, влияние водородной связи на местоположение полосы поглощения в ИК-спектре
7. Влияние внутренних факторов на характер ИК-спектра
8. Можно ли контролировать окисление первичных спиртов до альдегидов по ИК-спектру

Критерии оценки - 3 балла:

- 3 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;
 - 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 79 - 59 % задания;
 - 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 59 - 30% задания.
- выставляется студенту, если он выполнил меньше 30% задания.

3. Контрольная работа по УФ-спектроскопии

1. Основные электронные переходы и их распределение по энергии.
2. Охарактеризовать $\sigma - \sigma^*$ переходы и $n - \sigma^*$ переходы, основные структурные фрагменты для которых они характерны.
3. Что характеризует интенсивность полосы поглощения в УФ-спектре и от чего она зависит.
4. Закон светопоглощения, границы применения, размерность основных единиц.
5. Влияние сопряжения в ненасыщенных системах на величину экстинкции и длину волны хромофора в УФ-спектре.
6. Вклад структурных фрагментов у хромофора на изменение длины поглощения.
7. Ароматические системы, особенности их УФ-спектров.
8. Охарактеризовать изменение характера УФ-спектров для бутанала, 3-формилпропена, 1-формилпропена.

Критерии оценки - 3 балла:

- 3 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;
- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 79 - 59 % задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 59 - 30% задания.

выставляется студенту, если он выполнил меньше 30% задания.

Контрольная работа по ЯМР-спектроскопии

1. Явления, происходящие с ядрами, имеющими спин $\frac{1}{2}$ в магнитном поле H_0
2. Явление релаксации
3. Стандарты в ЯМР-спектре, виды, достоинства и недостатки каждого
4. Чем объясняется индивидуальность местоположения 1H и ^{13}C в ЯМР.
5. Константа спин-спинового взаимодействия.
6. Характеристика атомного вклада δ_a химический сдвиг.
7. Геминальные, вицинальные и дальние константы спин-спинового взаимодействия.
8. Принцип аддитивности в ЯМР ^{13}C на примере производных бензола.
9. Можно ли различить по ЯМР ацетофенон и α – фенилуксусный альдегид и по каким признакам.

Критерии оценки - 3 балла:

-3 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;

-2 балла выставляется студенту, если он выполнил 79 - 59 % задания;

- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 59 - 30% задания.

выставляется студенту, если он выполнил меньше 30% задания.

Контрольная работа по масс-спектрометрии

6. Требования к чистоте и виду образца и растворителя при снятии масс-спектра.
7. Приемы ввода образца при снятии масс-спектра.
8. Перегруппировочные ионы в масс-спектрометрии.
9. Примеры стабилизации осколочных ионов при наличии гетероатома в молекуле.
10. Разобрать возможный набор осколочных ионов в масс-спектре молекулы ABC.
27. Устройство масс-спектрометра. Основы метода.
28. Требования к энергии электронов и концентрации образца, его физическим константам при снятии масс-спектров.
29. Прогнозируйте, какие пики в масс-спектре будут наблюдаться для соединения $H_2CCl-CH_2COOCH_3$?
30. Особенности масс-спектров галогенсодержащих органических соединений.
31. Возможности масс-спектрометрии. В каких случаях можно получить с помощью этого метода максимальную информацию о веществе?

Критерии оценки - 3 балла:

-3 балла выставляется студенту, если он выполнил 85 - 100% задания;

-2 балла выставляется студенту, если он выполнил 55 - 84 % задания;

-1 балл выставляется студенту, если он выполнил 35-54% задания.

-0 баллов выставляется студенту, если он выполнил менее 35% задания

Решение расчетных задач по хроматографии:

Задача 1.

Для предложенной хроматограммы, например, приведённой на рис. 66, рассчитать:

- площади всех пиков различными методами;
- оценить абсолютную ошибку, относительную ошибку, относительное отклонение, стандартное отклонение для выполненных измерений;
- найти исправленные и неисправленные времена удерживания всех компонентов, выражая их в линейных единицах;
- определить весовые поправочные коэффициенты для всех компонентов смеси, за стандарт (эталон) выбрать соединение А (бензол):

$$\begin{array}{lll} W_1 = 0,243 & W_2 = 0,314 & W_3 = 0,608 \\ W_4 = 0,921 & W_5 = 2,464 & \end{array}$$

- выполнить нормировку хроматограммы с учетом и без учета поправочных коэффициентов, все данные сведите в таблицу.

Задача 2.

Для копии или оригинала хроматограммы с неполностью разделенными пиками, предоставленной преподавателем (можно использовать данные рис. 65):

- найти относительный объем удерживания (α), емкостный фактор k' , фактор разделения SF и коэффициент разделения R ;
- разделение пиков, представленное на данной хроматограмме достигнуто на колонке $L_1 = 1,2$ м. Какова должна быть минимальная длина колонки L_2 , необходимая для получения коэффициента разделения $R = 1,5$.

Задача 3.

Для хроматограмм, приведенных на рис. 67 и рис. 68 определить процентное содержание каждой из примесей, если на долю основного вещества в первом случае приходится 87,6%, а во втором – 98%. Рассчитайте ВЭТТ для пика 7 (на хроматограмме рис. 67) и оцените эффективность колонки для этого соединения. Каким путем можно влиять на нее (длина колонки 2,4 м).

Задача 4.

Даны W_i – масса взятых для анализа веществ, S_i – площади соответствующих пиков:

	W_A	W_B	W_C	S_A	S_B	S_C
1	0,25	0,25	0,25	0,4	0,16	0,32
2	0,25	0,50	0,50	0,4	0,32	0,56
3	0,25	0,75	0,75	0,4	0,44	0,88
4	0,25	1,0	1,0	0,43	0,65	1,33
5	0,25	1,25	1,25	0,39	0,78	1,56
6	0,25	1,50	1,50	0,41	0,98	2,05
7	0,25	1,75	1,75	0,4	1,04	2,44

Для значений, приведенных в таблице:

- постройте калибровочные графики для веществ В и С, если А – стандарт;

б) определите массу веществ В и С в 10 мл его образца, если при добавлении к нему 5 мл раствора внутреннего стандарта с концентрацией 50 мкг/мл получили соотношение площадей пиков для В = 5 и для С = 8.

Задача 5.

Для хроматограммы, приведенной на рис. 69:

- с) рассчитайте площади пиков для всех случаев, занесите в таблицу;
- д) проведите нормировку хроматограмм (анализ выполнен на катарометре) для всех случаев, результат занесите в таблицу ;
- е) вычислите относительное и стандартное отклонение.

Задача 6.

С использованием зависимости $\lg t$ от числа углеродных атомов (см. рис. 70) предположить формулу парафинов, хроматограмма которых приведена на рис. 69. Скорость диаграммной ленты 0,5 мм в минуту.

Задача 7.

Для анализа взято 20 мл смеси соединений В и С ($\rho = 0,94$ г/мл). При добавлении к ней 0,5 г стандарта (вещество А) получили хроматограмму, приведенную на рис. 72. Используя калибровочный график (см. 71) и данные хроматограммы, рассчитайте состав неизвестной смеси в %, масс.

Задача 8.

A	B	C
$W_A = 0,121$ $S_A = 2,6$	$W_B = 0,240$ $S_B = 5,3$	$W_C = 0,110$ $S_C = 2,5$
$W_A = 0,122$ $S_A = 2,61$	$W_B = 0,368$ $S_B = 7,31$	$W_C = 0,215$ $S_C = 5,03$
$W_A = 0,120$ $S_A = 2,6$	$W_B = 0,479$ $S_B = 10,12$	$W_C = 0,330$ $S_C = 7,36$
$W_A = 0,123$ $S_A = 2,62$	$W_B = 0,618$ $S_B = 12,46$	$W_C = 0,410$ $S_C = 10,18$
$W_A = 0,119$ $S_A = 2,59$	$W_B = 0,836$ $S_B = 15,10$	$W_C = 0,535$ $S_C = 12,94$

Считая вещество А эталоном, определите поправочные коэффициенты В и С и постройте калибровочные графики.

Задача 9.

Дано:

	W_A	W_B	W_C	S_A	S_B	S_C
1	0,12	0,12	0,12	1,00	3,6	6,2
2	0,12	0,24	0,24	1,20	4,4	8,4
3	0,12	0,36	0,36	0,94	5,5	10,9
4	0,12	0,48	0,48	1,01	6,8	12,6

5	0,12	0,60	0,60	0,97	7,4	14,1
6	0,12	0,72	0,72	0,99	8,5	16,0
7	0,12	0,84	0,84	1,12	9,5	18,8

А – внутренний стандарт. Постройте калибровочные графики для соединений В и С.

А – гептан; В – дипропиловый эфир; С – бутанол. Рассчитайте погрешность определения В и С (относительную ошибку).

Задача 10.

При хроматографировании смеси чистых препаратов $m_i = 0,3738$ г, $0,4283$ г, $0,3987$ г, $0,4403$ г и $0,3987$ г, были получены площади пиков 1678 мм², 1970 мм², 1378 мм², 3800 мм² и 448 мм². Определите коэффициенты поправок относительно каждого компонента. Выберите компонент в качестве эталона для метода добавок. Рассчитайте содержание компонентов.

Критерии оценки – 4 балла:

- 4 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;
- 3 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 60% задания;
- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 59 - 40 % задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 39 - 30% задания.
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил меньше 30% задания.

Хроматография (индивидуальная контрольная работа):

Вариант 1

$m_{\text{Э}} = 0,326$

$m_1 = 0,042$

$m_2 = 0,512$

$m_3 = 0,624$

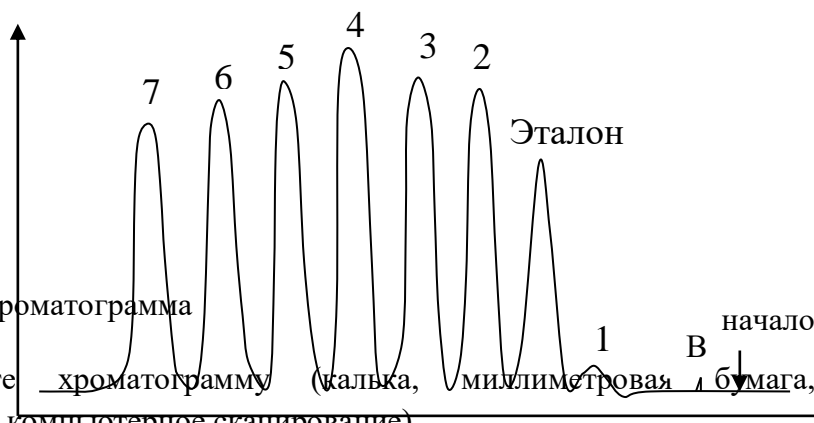
$m_4 = 1,318$

$m_5 = 0,593$

$m_6 = 0,541$

$m_7 = 0,734$

Рис. 1.1. Типовая хроматограмма



а) Скопируйте хроматограмму (калька, миллиметровая бумага, допускается ксерокопирование, компьютерное сканирование).

б) Определите скорость диаграммной ленты (В) и рассчитайте μ_i τ_i ω_i (при $V_a = 30$ мл/мин). Табулируйте.

в) Методом нормализации рассчитайте содержание компонентов при $K_i = 1$ в размерности Q, указанной преподавателем. Результаты промежуточных расчетов табулируйте.

г) По указанному преподавателем эталону рассчитайте поправочные коэффициенты для остальных компонентов.

е) Составьте таблицу вида:

№	Эталон	1	2	и т.д.
m_i				
Q_i				

K_i				
-------	--	--	--	--

Заполните по указанию преподавателя.

f) Исключив из хроматограммы пик эталона, рассчитайте содержание компонентов с учетом K_i .

g) Для двух пиков, указанных преподавателем, и указанной длине колонки, рассчитайте необходимую длину колонки для $K_p = 1,0$ и $R = 1,5$.

1.2.

Таблица 1.1.

	W_A	W_B	W_C	S_A	S_B	S_C
1	0,25	0,25	0,25	0,4	0,16	0,32
2	0,25	0,50	0,50	0,4	0,32	0,56
3	0,25	0,75	0,75	0,4	0,44	0,88
4	0,25	1,0	1,0	0,43	0,65	1,33
5	0,25	1,25	1,25	0,39	0,78	1,56
6	0,25	1,50	1,50	0,41	0,98	2,05
7	0,25	1,75	1,75	0,4	1,04	2,44

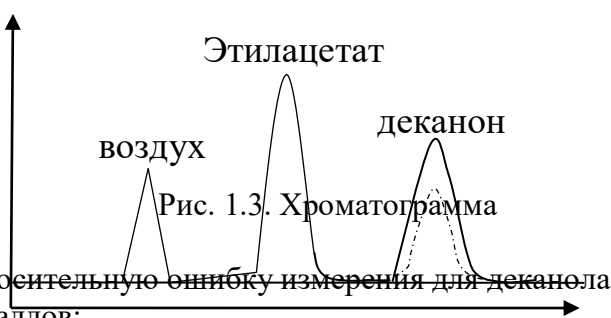
A – внутренний стандарт, W – навеска компонента в г.

Постройте комбинированные графики для компонентов B и C . Рассчитайте массы и соотношение веществ B и C в 15 г их смеси, если при добавлении к ней 2 г эталона соотношение $S_B/S_A = 1,8$.

1.3. Хроматограмма, приведённая на рис. 1.2. выполнена на катарометре. Определите соотношение компонентов. Поправочные коэффициенты взять из таблицы.



1.4. Рассчитайте массу этилацетата в 40 г смеси, если при добавлении к ней 10 мл 40%-ного раствора ($\rho = 0,86$ г/мл) деканола хроматограмма стала иметь вид, представленный на рис. 1.3.



Определите относительную ошибку измерения для деканола
Критерии оценки – 5 баллов:

-5 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;

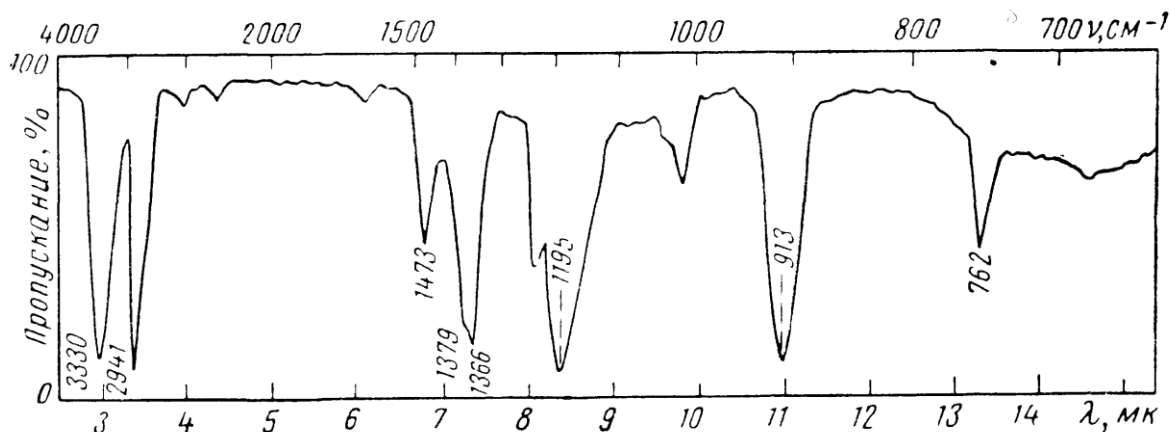
-4 балла выставляется студенту, если он выполнил 70 - 79% задания;

- 3 балла выставляется студенту, если он выполнил 70- 60% задания;
- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 59 - 40 % задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 39 - 30% задания.
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил меньше 30% задания.

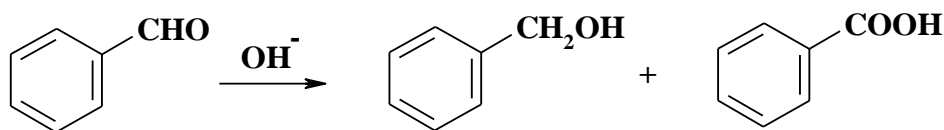
Примеры контрольных работ по практике:

ИК-спектроскопия:

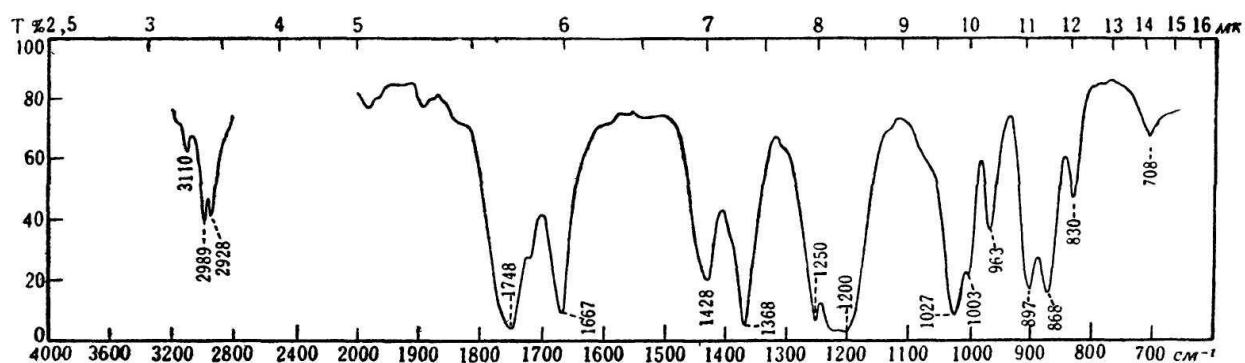
1. Определите структуру соединения формулы $C_4H_{10}O$.



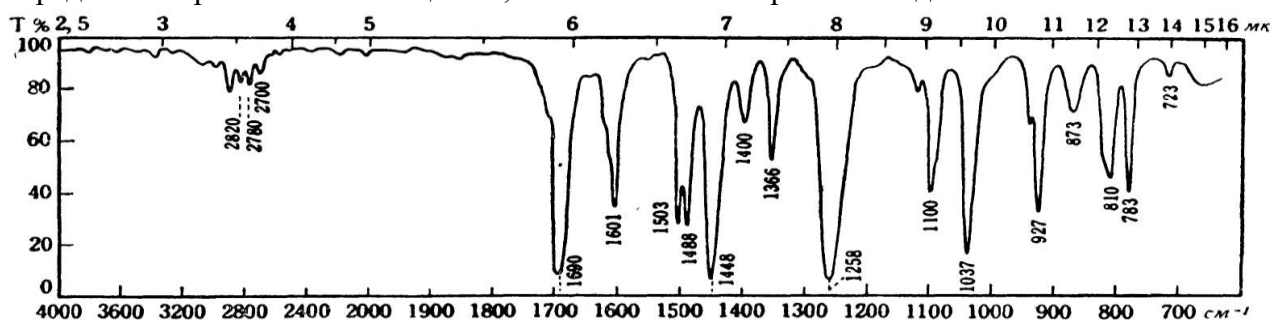
2. В ИК-спектре раствора вещества найдены полосы $3450, 3370, 1630\text{ см}^{-1}$. Какому соединению соответствует спектр: $CH_3CON(CH_3)_2$, $CH_3CONHCH_3$ или CH_3CONH_2 .
3. По изменению каких параметров ИК-спектра можно судить о полноте протекания реакции, после разделения смеси соединений:



4. Определите структуру соединения $C_5H_8O_2$, используя ИК-спектр, приведенный ниже.

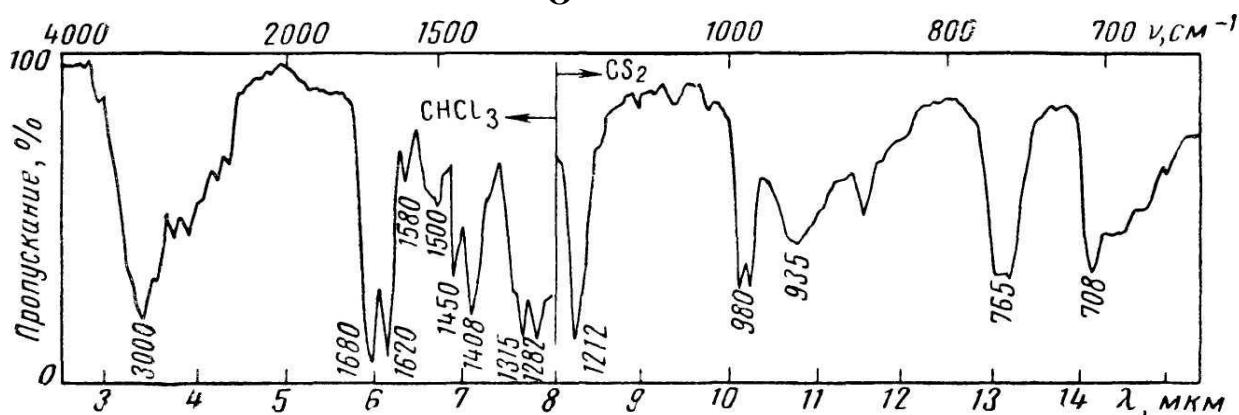


5. Согласно элементному составу соединение содержит С-64,29%; Н-7,14%; О-28,57%. Определите строение этого вещества, если его ИК-спектр имеет вид:



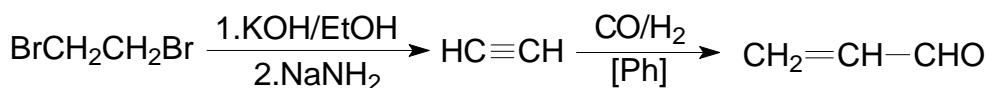
6. Какие группы могут входить в состав углеводорода C_4H_6 , если его ИК-спектр содержит полосы поглощения при 3305 и 2125 см^{-1} .

7. Спектр какого соединения изображён:



Задача 1.1.

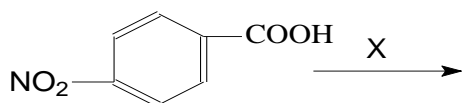
По каким характеристическим полосам можно судить о прошедших превращениях:



Задача 1.2.

Какие превращения осуществили, если в ИК-спектре произошли следующие изменения:

ИК-спектр ($\nu, \text{см}^{-1}$): $1500, 1600, 3080, 3240, 3540, 1685$.

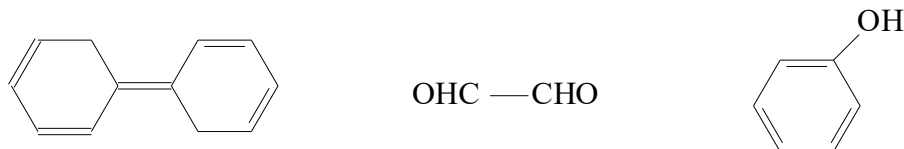


Критерии оценки – 4 балла:

- 4 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;
- 3 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 60% задания;
- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 59 - 40 % задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 39 - 30% задания.
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил меньше 30% задания.

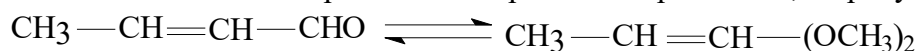
УФ-Спектроскопия

1. Вычислите предполагаемое λ_{\max} для следующих соединений:



2. Какие изменения в УФ-спектре акролеина $CH_2=CH-CHO$ (λ_{\max} 203 нм, $\epsilon=12000$) и (λ_{\max} 345нм, $\epsilon=20$) следует ожидать при разбавлении этанолом, содержащим следы кислоты.

3. Оцените положение равновесия в реакции через 3 часа, в присутствии H^+



$\lambda=265, \epsilon=18000$

$\lambda=245, \epsilon=15$

в спирте, бензоле + спирт, гексане + спирт, если $\epsilon=13200, 17600, 9100$, соответственно. Вычислите D для каждого случая ($\lambda_{\max}=265$) если концентрация альдегида (начальная) равна $6,01 \cdot 10^{-5}$ моль/л.

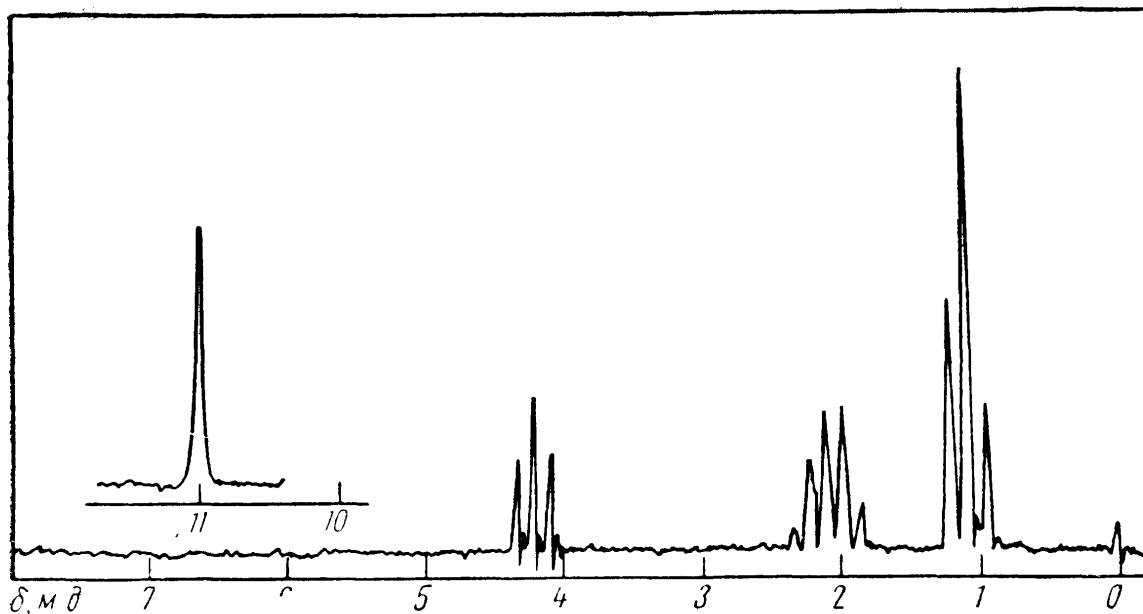
4. Имеется два УФ-спектра λ_{\max} 240 ($\epsilon=3400$) и λ_{\max} 200 ($\epsilon=12000$). Первое может быть переведено во второе действием 1 моля H_2 . Сделайте предположение о структурах.
5. Два соединения, имеющие одинаковую брутто-формулу $C_7H_{12}O$, различаются по своим спектральным характеристикам: для первого соединения в ИК-спектре наблюдается интенсивная полоса поглощения при 1718 см^{-1} и полоса средней интенсивности при 1630 см^{-1} , в его УФ-спектре проявляется одна полоса поглощения низкой интенсивности при 280 нм . Для второго соединения в ИК-спектре наблюдается две интенсивные полосы поглощения при 1600 и 1670 см^{-1} , в его УФ-спектре имеются две полосы поглощения – интенсивная при $\lambda_{\max}=220\text{ нм}$ и малоинтенсивная при 300 нм . Какие изменения в строении соединения могут вызывать указанные различия в ИК- и УФ-спектрах?

Критерии оценки – 4 балла:

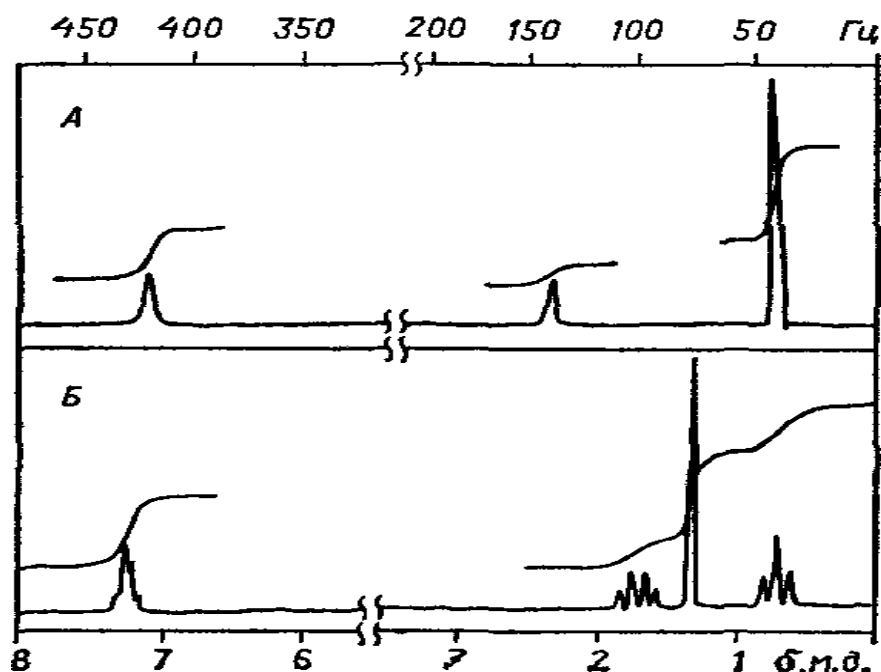
- 4 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;
- 3 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 60% задания;
- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 59 - 40 % задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 39 - 30% задания.
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил меньше 30% задания

ЯМР-Спектроскопия:

1. В спектре ПМР бензилацетата наблюдаются три синглета при δ 2,0; 5,0; и 7,3 м.д. Проведите отнесение этих сигналов и выразите значения химических сдвигов в герцах для рабочих частот спектрометров: 60, 100 и 300 МГц.
2. На рис. приведен спектр одного и изомеров кислот $C_3H_6BrCOOH$. Какой это изомер?



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



4. При обработке бромзамещенной кислоты избытком этилата натрия с последующим подкислением получено соединение, спектр ПМР которого имеет следующий вид (δ , м.д.): 1,2 (триплет); 3,75 (квадруплет); 4,1 (синглет); 11,0 (уширенный синглет); соотношение интенсивностей сигналов 3:2:2:1. О каком превращении шла речь?

5. Установите структуру соединения C_3H_5NO по его спектру ПМР (δ , м.д.): 2,6 (триплет); 3,8 (триплет); 4,3 (уширенный синглет); соотношение интенсивностей сигналов 2:2:1.

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

Критерии оценки – 4 балла:

-4 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;

-3 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 60% задания;

-2 балла выставляется студенту, если он выполнил 59 - 40 % задания;

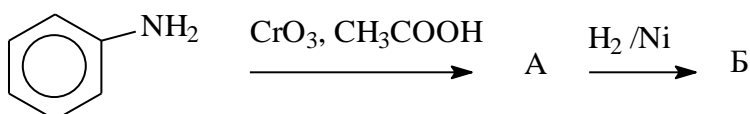
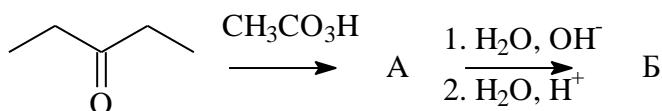
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 39 - 30% задания.

-0 баллов выставляется студенту, если он выполнил меньше 30% задания

Пример задания для работы в группе:

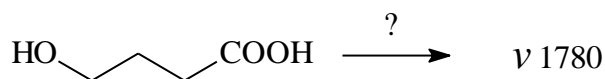
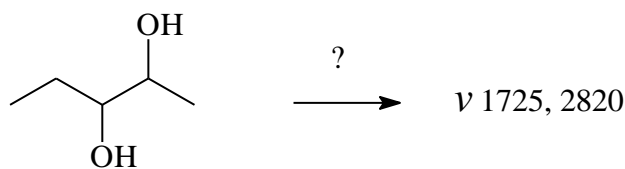
ИК-спектроскопия:

1. Какие основные изменения будут наблюдаться в ИК-спектрах при протекании следующих превращений:

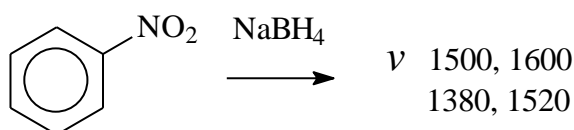
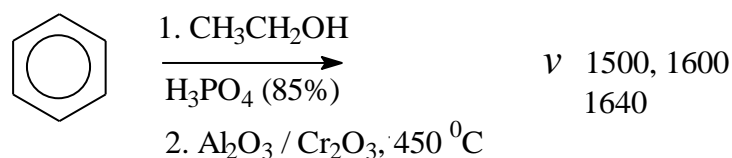


Что произошло, если в ИК-спектре наблюдаются следующие изменения:

1.2.



1.3. Образовалось ли нужное соединение?



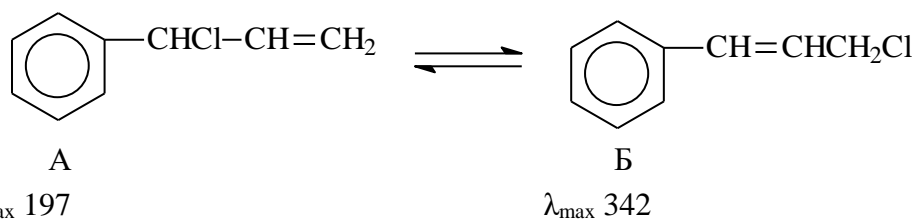
Критерии оценки – 4 балла:

- 4 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;
- 3 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 60% задания;
- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 59 - 40 % задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 39 - 30% задания.
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил меньше 30% задания

УФ-спектроскопия:

1. При окислении циклогексанола CrO_3 в присутствии H_2SO_4 (реактив Джонса) до циклогексанона при выделении вакуумной перегонкой нужного продукта отогналось лишь небольшое количество. Тяжелая маслянистая масса кубового остатка имеет формулу $\text{C}_{18}\text{H}_{26}\text{O}$, а раствор его с концентрацией $3,26 \cdot 10^{-5}$ моль/л имеет D 1,38 при $l=2$. Найдите ϵ и сделайте вывод о прошедших превращениях

2.

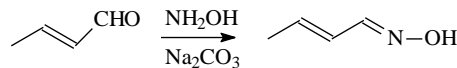
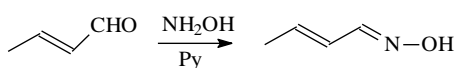
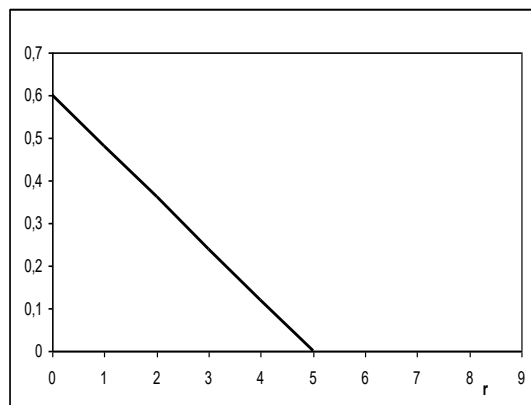
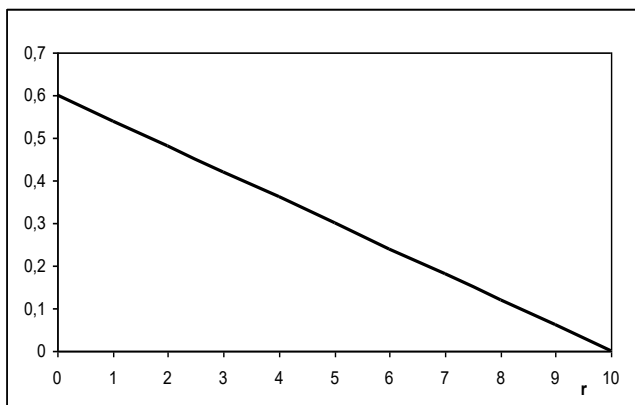


$C_{\text{нач}} = 1,02 \cdot 10^{-4}$, $l=1$

$D=0,63$

В момент установления равновесия появилась полоса при $\lambda=342$ нм, а оптическая плотность пика при 197 изменилась с 0,63 до 0,18. Считая $\epsilon=\text{const}$, установить равновесные концентрации веществ в растворе и найти ϵ для соединения Б при $D=1,13$.

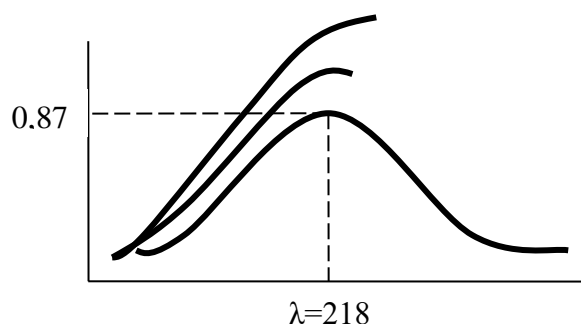
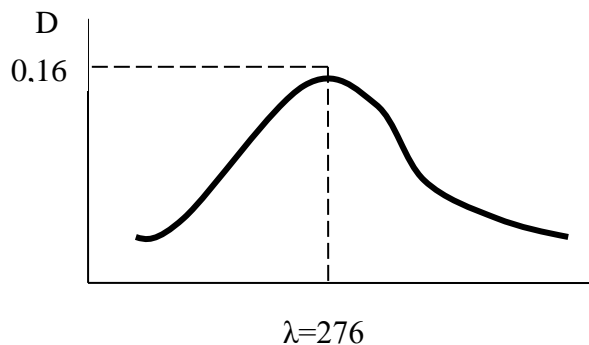
3. Определить, в каком случае скорость реакции больше, если при $l=2$ и $\epsilon=14\,000$ и одинаковой концентрации для каждого соединения, D для полосы поглощения $\lambda=210$ нм изменяется, в зависимости от времени, следующим образом? Найти соотношения скоростей.



4. Как изменилась экстинкция для процесса?



если при начальной концентрации $C_0=6,2 \cdot 10^{-3}$ спектры УФ в первом и втором случае имеют вид? $l=1$.

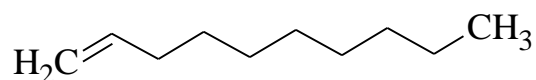


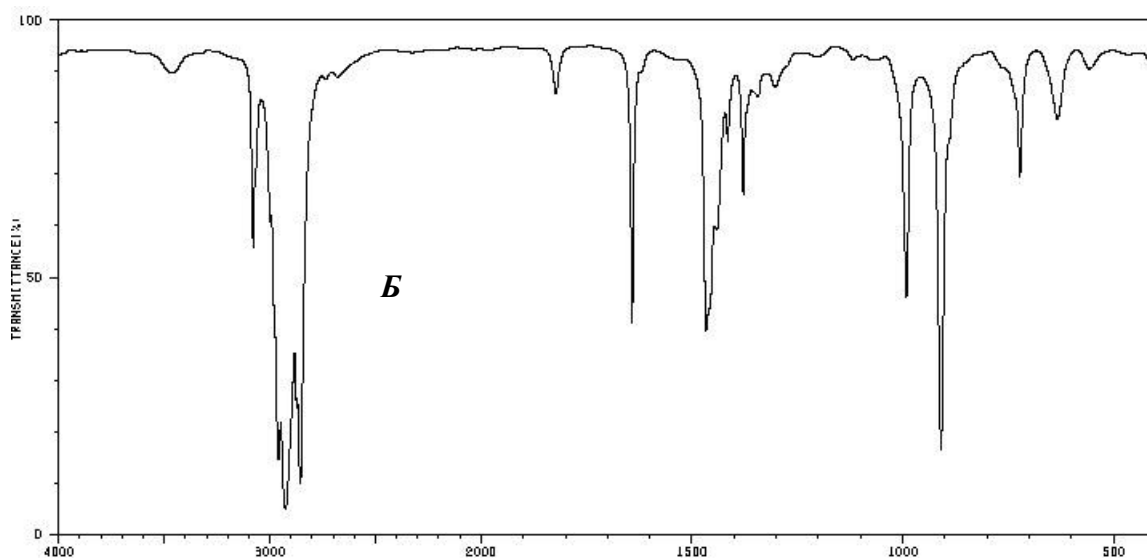
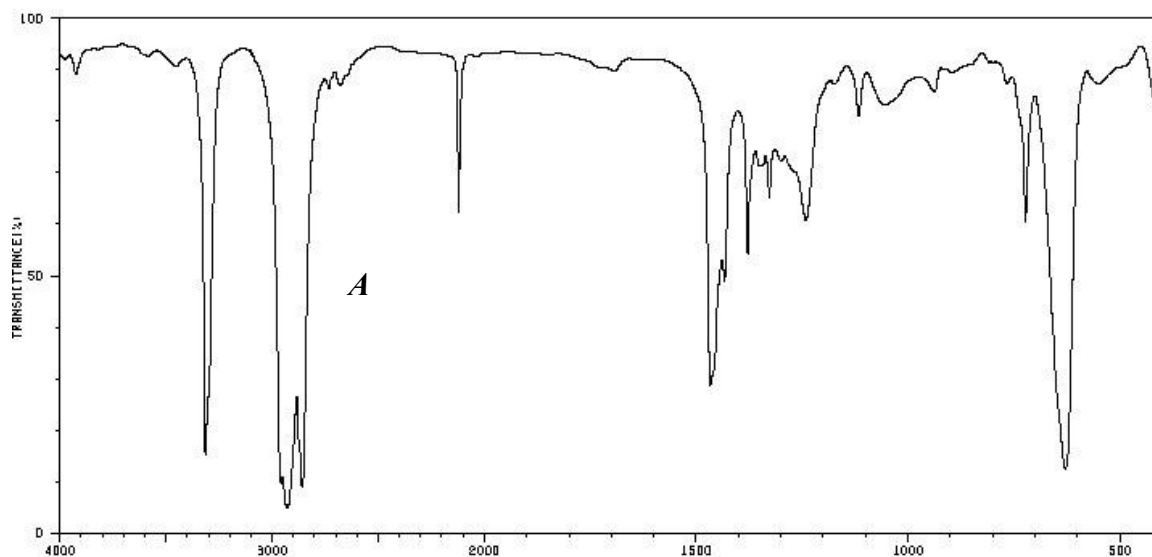
Критерии оценки – 4 балла:

- 4 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 100% задания;
- 3 балла выставляется студенту, если он выполнил 80 - 60% задания;
- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 59 - 40 % задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 39 - 30% задания.
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил меньше 30% задания

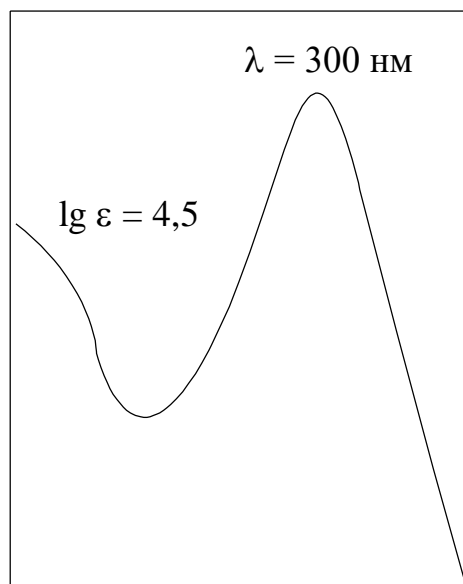
Пример для решения задач на применение отдельных и всех методов: (дополнительные, поощрительные баллы)

1. Установите, какой из двух спектров *A* или *B* на рис. 99 принадлежит следующему соединению:

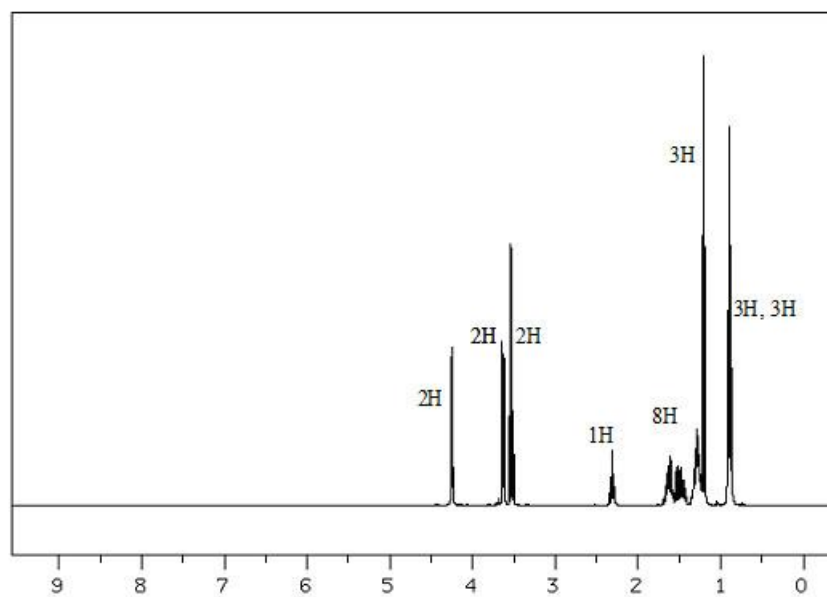


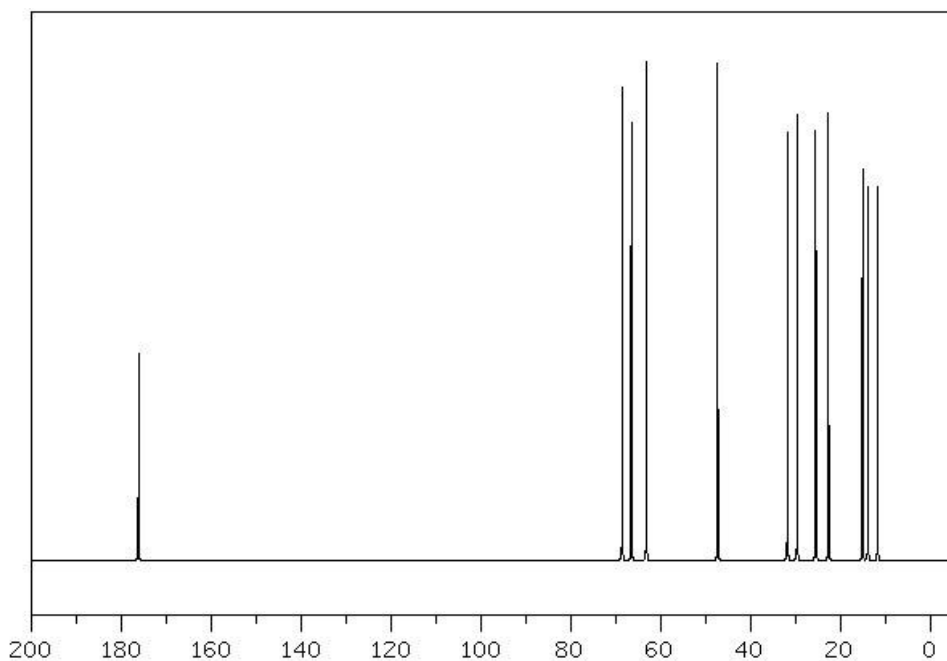


2. Какие выводы можно сделать о структуре карбоновой кислоты с молекулярной массой 138 при рассмотрении ее УФ-спектра (в этаноле) (рис. 116).

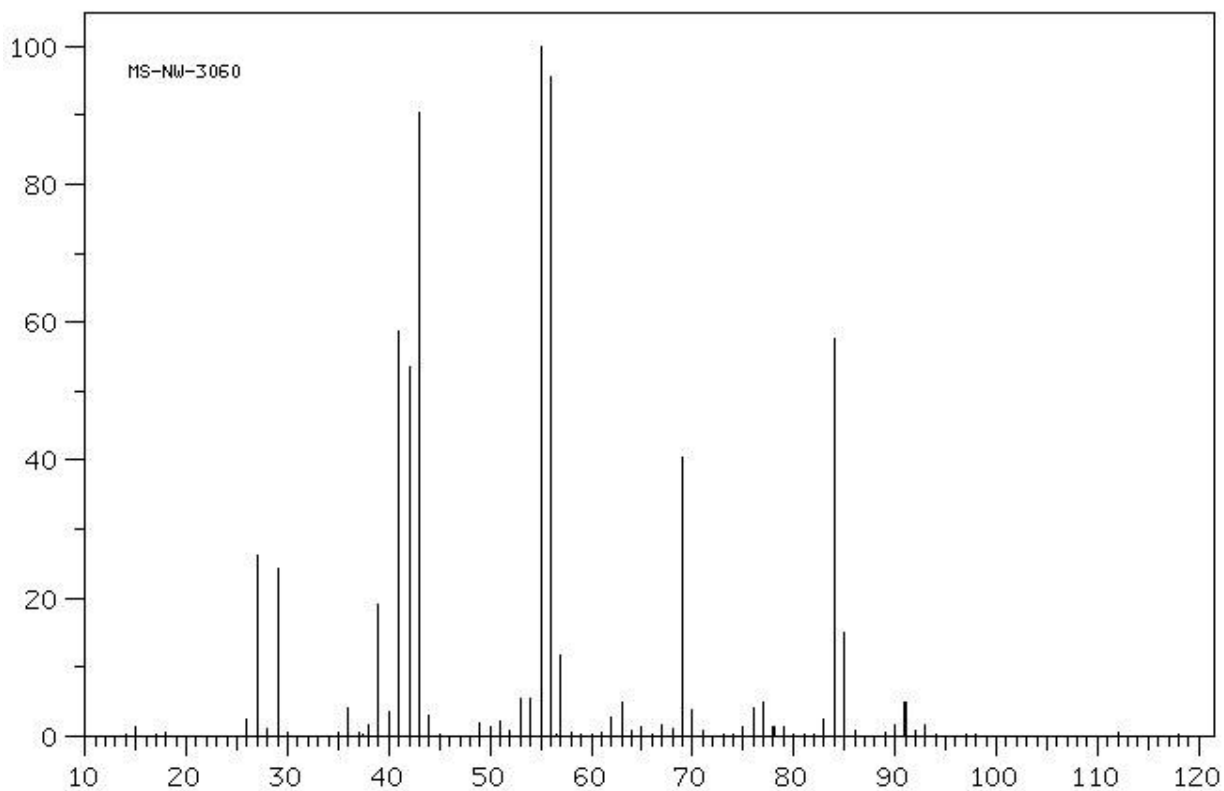


3. Установите строение вещества, имеющего брутто-формулу $C_{12}H_{24}O_3$. Для решения задачи используйте его ЯМР 1H и ^{13}C спектры, приведенные ниже (рис. 138).





4. Установите брутто-формулу и строение молекулы органического галогид-содержащего вещества, масс-спектр которого приведен ниже (рис. 142).



m/z	I	m/z	I	m/z	I	m/z	I	m/z	I
15.0	1	40.0	3	53.0	5	67.0	1	79.0	1
26.0	2	41.0	58	54.0	5	68.0	1	83.0	2
27.0	26	42.0	53	55.0	100	69.0	40	84.0	57
28.0	1	43.0	90	56.0	95	70.0	3	85.0	15
29.0	24	44.0	3	57.0	11	75.0	1	90.0	1

36.0	4	49.0	1	62.0	2	76.0	4	91.0	5
38.0	1	50.0	1	63.0	4	77.0	5	93.0	1
39.0	19	51.0	2	65.0	1	78.0	1		

Установите строение органического вещества, используя его ИК-, ЯМР ¹³C- и масс-спектры (рис. 159, 160, 161).

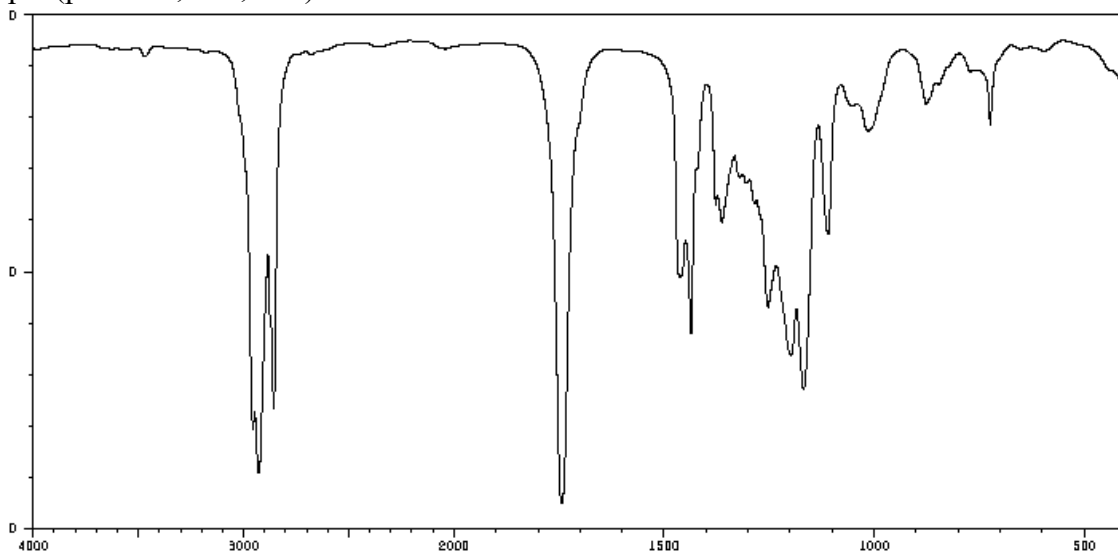


Рис. 1. ИК-спектр к задаче 4.5.4

Критерии оценки - 2 балла:

- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 75 - 100% задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 75- 31% задания
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил менее 30% задания

Решение задач из книги:

Задание предлагается преподавателем из книги Р.В., Зайнуллин Р.А., Куковинец О.С. «Применение спектроскопии в органической химии» Москва, «Химия» 2007г., в книге имеются задачи на применение ИК-, УФ- и ЯМР-спектроскопии, каждое задание оценивается в два балла.

Критерии оценки - 2 балла:

- 2 балла выставляется студенту, если он выполнил 75 - 100% задания;
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 75- 31% задания
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил менее 30% задания

Индивидуальная задание:

5. В реакцию взята смесь двух соединений **A** и **B** в соотношении, указанном на хроматограмме (рис. 171).

Соединения *A* и *B* имеют в ИК- и ЯМР ^1H -спектрах сигналы, приведенные ниже.

A. ИК (ν , см^{-1}): 870 ср, 1040 ср, 3550 ш.с.; ЯМР ^1H (δ , м. д.): 1.59 с (3H), 1.72 с (6H), 1.95 уширенный с (4H), 3.8 д (2H, J 6.0 Гц), 4.98 уш. с (1H), 5.12 т (1H, J 6.0 Гц); 5.32 т (1H, J 6.0 Гц).

B. ИК (ν , см^{-1}): 740 ср, 780 с, 910 ср, 1640 ср, 3080 сл, 3500 ш.с.; ЯМР ^1H (δ , м. д.): 1.68 м (6H), 1.24 м (2H), 2.06 м (4H), 3.8 д (2H, J 6.0 Гц), 4.15 уш. с (1H), 4.92 с (2H), 5.25 т (1H, J 6.0 Гц).

Исходную смесь обработали $\text{Hg}(\text{OAc})_2$ в CH_3OH , затем NaBH_4 после чего получили единственный продукт, имеющий следующие пики в масс-спектре $[\text{M}]^+ = 186$, $[\text{M} - \text{OCH}_3]^+ = 155$, $[\text{M} - \text{H}_2\text{O}]^+ = 168$. Спектр ЯМР ^1H полученного соединения имеет следующие сигналы: (δ , м. д.): 1.25 с (6H), 1.58 с (3H), 1.29 м (4H), 2.01 т (2H, J 6.0 Гц), 3.1 с (3H), 3.8 д (2H, J 6.0 Гц), 4.18 уш.с (1H), 5.18 т (1H, J 6.0 Гц).

Определите структуру исходного соединения и продукта реакции. Каково соотношение соединений *X* и *Y* в смеси.

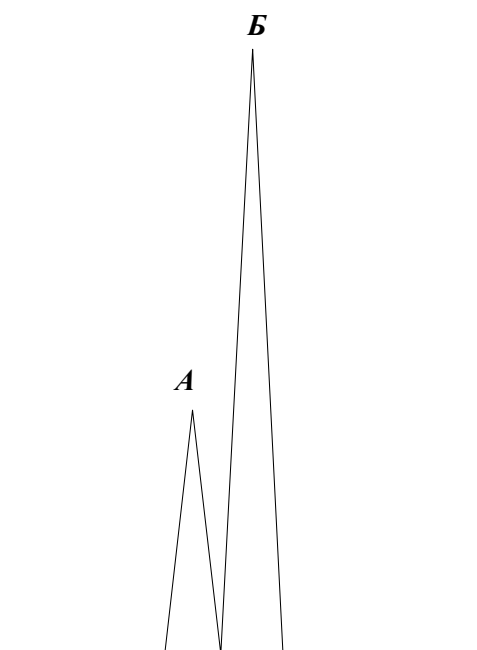


Рис. 2. Хроматограмма к задаче 5.1.5

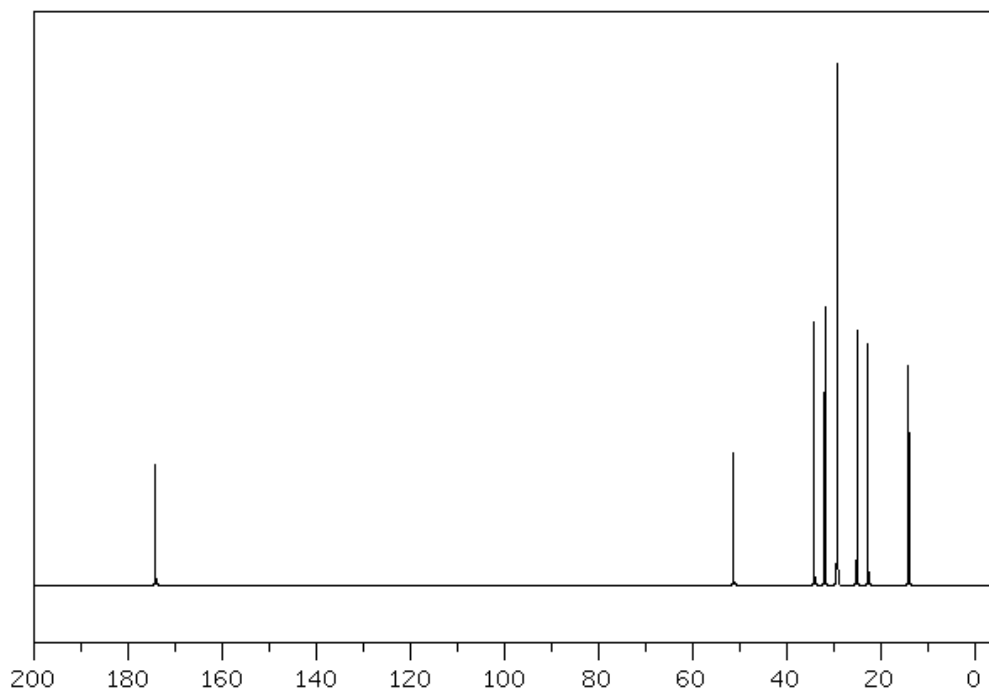
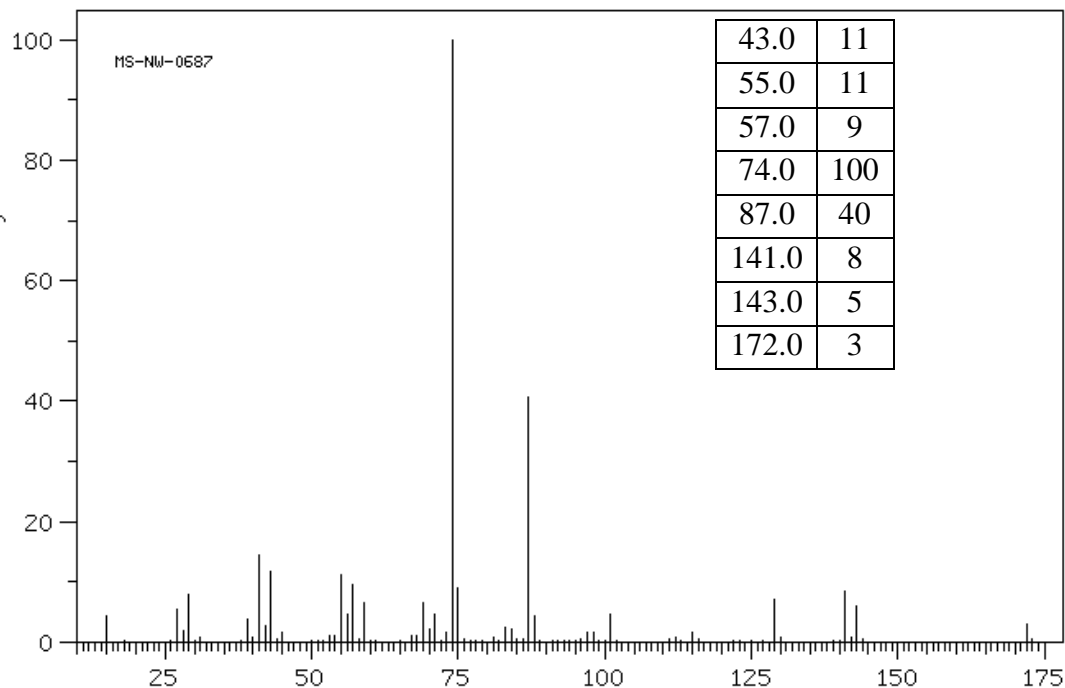


Рис. 3. Спектр ЯМР ^{13}C к задаче 4.5.4

m/z	I
75.0	8
41.0	14



Критерии оценки - 7 баллов:

- 7-6 баллов выставляется студенту, если он выполнил 75 - 100 % задания;
- 5-4 балла выставляется студенту, если он выполнил 65-74% задания.
- 3-2 балла выставляется студенту, если он выполнил 55 - 64% задания
- 1 балл выставляется студенту, если он выполнил 30- 54% задания
- 0 баллов выставляется студенту, если он выполнил менее 30% задания

Тестирование

1 вариант

1. Выберите ответ. Хроматография используется:
 - a. для анализа смесей веществ;
 - b. для разделения смесей веществ;
 - c. для отчистки соединения от примесей;
 - d. для анализа реакционной массы и выделения продуктов реакции.

2. Какой вид хроматографии используется для анализа высокомолекулярных соединений?
 - a. ионнообменная;
 - b. молекулярно-ситовая (гельхроматография);
 - c. высокоэффективная;
 - d. капиллярная.

3. Что не используется в качестве подвижной фазы в ГЖХ?
 - a. азот;
 - b. гелий;
 - c. аргон;
 - d. кислород.

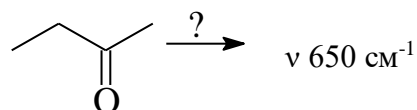
4. Эффективность работы хроматографической колонки выражается в виде:
 - a. показатель N – число теоретических тарелок;

- b. показатель α – относительное удлинение;
 - c. показатель R – коэффициент разделения;
 - d. времени удерживания пика.
5. Эффективность хроматографического анализа для двух близко расположенных пиков выражается в виде:
- a. ВЭТТ
 - b. N
 - c. R
 - d. A
6. Для разделения вещества мало отличающихся по структуре и свойствам (например, таки как цис, транс-изомеры) используют:
- a. газожидкостную аналитическую хроматографию;
 - b. капиллярную хроматографию;
 - c. жидкостную хроматографию на колонне с модифицированным SiO_2 ;
 - d. невозможно разделить.

ИК

Простые

7. В методе ИК-спектроскопии регистрируются:
- a. переходы электронов на внешнем электронном уровне;
 - b. переходы внутренних электронов атомов;
 - c. колебания фрагментов молекулы.
8. Полосы наложения ν_i – это:
- a. колебания атомов вдоль линии связи;
 - b. колебания фрагментов молекулы относительно друг друга;
 - c. изменение валентного состояния атомов;
 - d. колебания в кристаллической решетке
9. Полоса поглощения δ_i – это:
- a. валетные колебания;
 - b. плоскостные и внеплоскостные деформационные колебания;
 - c. изменение спинов ядер;
 - d. люминесценция.
10. Область 2850 – 2950 характерна для:
- a. ν – OH
 - b. ν – CH_3 , CH_2 и CH – в алканах
 - c. ν – COOH
 - d. ν – NH_2
11. $x(1700, 2400-3200) + \text{CH}_3\text{OH}/\text{H}^+$ $y(1745 \text{ см}^{-1})$
- a. прошла реакция этерификации карбоновой кислоты;
 - b. прошло омыление сложноэфирной группы;
 - c. образовался простой эфир;
 - d. ничего не произошло.
12. Взять из задания 6.2 стр.97



- a. провели реакцию с PCl_5 ;
 - b. провели реакцию с надкислотой;
 - c. восстановили NaBH_4 ;
 - d. никакой реакции не произошло
13. Основные характеристики УФ-спектра это:
- a. — длина волны, — коэффициент поглощения;
 - b.
 - c.
 - d. — дипольный момент,
14. Изменение энергий при электронных переходах в УФ-спектре связано с длиной волной наблюдаемой полосы соотношениям:
- a. ΔE
 - b. ΔE
 - c. $\Delta E =$
 - d. ΔE
15. Как с помощью УФ-спектроскопии можно отличить пентадиен-1,4 от пентадиена-1,3?
- a. по сдвигу полосы поглощения в длинноволновую области на 25-30нм ($\lambda = 219\text{нм}$);
 - b. по увеличению интенсивности полосы поглощения при $\lambda = 175-180\text{нм}$;
 - c. по изменению характера полосы поглощения;
 - d. невозможно различить.
16. Какому из соединений соответствует УФ спектр $\lambda_{\text{max}}=245$, $\xi=21000$:
- a. $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COCH}_3$
 - b. $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2\text{COCH}_3$
 - c. $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{COCH}_3$
 - d. $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}=\text{CHCOCH}_3$
17. Частоты, при которых происходят изменения в спиновом состоянии ядер-это:
- a. Микроволновое излучение
 - b. Радиочастотное излучение
 - c. Рентгеновское излучение
 - d. Гамма-излучение
18. При помещении ядер в постоянное магнитное поле H_0 происходит:
- a. Распределение их по двум энергетическим уровням $-\mu H_0$ и $+\mu H_0$.
 - b. Переход с уровня $-\mu H_0$ на $+\mu H_0$
 - c. Изменение спина ядер
 - d. Ничего не происходит
19. При помещении ядер, находящихся в постоянном магнитном поле H_0 в переменное магнитное поле:
- a. Распределение их по двум энергетическим уровням $-\mu H_0$ и $+\mu H_0$.
 - b. Переход с уровня $-\mu H_0$ на $+\mu H_0$
 - c. Изменение спина ядер

- a. Ничего не происходит
20. в формуле $\delta_i = 129 + \sum a_i R_i$ цифра 129 означает
- местоположение сигнала углеродного атома бензола с учетом влияния всех заместителей;
 - положение сигнала углеродного атома бензола, не имеющего заместителей в кольце;
 - стандартное базовое число в расчете спектров непредельных соединений;
 - квантово-химический вычисленный химический сдвиг бензола.
21. в формуле $\delta_c = 129 + \sum A_i R_i$ выражение $\sum A_i R_i$ означает
- ошибку эксперимента;
 - статистическую обработку данных;
 - аддитивный вклад в местоположение углеродного атома тройной связи заместителей;
 - ошибка прибора при измерении.
22. химический сдвиг сигнала углеродного атома карбоксильной группы увеличивается в ряду ангидрида < сложный эфир < альдегид < кетон потому что
- увеличивается вклад диамагнитной составляющей
 - экранирование ядра возрастает в ряду ангидрид > сложный эфир > альдегид > кетон
 - случайный фактор
 - влияние растворителя
23. Достаточная энергия электронов вольтов для получения масс-спектра
- 30 эв
 - 50 эв
 - 70-100 эв
 - 150 эв
24. В масс-спектропии предъявляются особые требования к чистоте образца, потому что
- используются высококипящие соединения
 - используются низкокипящие соединения
 - нужно очень небольшое количество образца
 - длительное время анализа
25. при расходе молекулы ABC образуются ионы
- ABC^+
 - AB^+
 - C^+
 - AB^+, C^+, BC^+, AC^+
26. масс-спектрометрия дает лучшие результаты в сочетании
- с перегонкой
 - возгонкой
 - перекристаллизация
 - хроматографией (хроматомасс-спектрометрия)

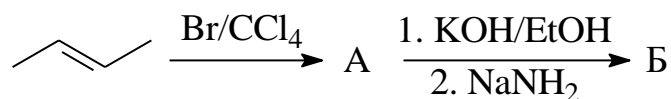
2 вариант

27. Детекторы интегрального типа регистрируют:

- изменение плотности газовой смеси;

- b. общую массу проходящего вещества;
 - c. количество молекул в объеме;
 - d. количество примеси.
28. Детекторы дифференциального типа регистрируют:
- a. количество вещества, проходящего в данный момент через детектор;
 - b. общую массу вещества;
 - c. изменение зарядов;
 - d. изменение плотности газовой смеси.
29. Для анализа смеси бесцветных веществ используют:
- a. люминесценцию;
 - b. проявляющие (окрашивающие) вещества;
 - c. гравиметрию;
 - d. потенциометрию.
30. Формула $[S_i : (S_1 + S_2 + S_n)] \cdot 100\%$ отражает:
- a. содержание i – вещества в смеси;
 - b. ошибку эксперимента;
 - c. количество вещества i в граммах;
 - d. эффективность разделения.
31. Какие силы взаимодействия не присутствуют при разделение веществ методом ГЖХ?
- a. индукционные;
 - b. дисперсионные;
 - c. ион-ионные;
 - d. металлические.
32. В каком порядке будет выходить с колонки бензол, этиловый спирт, гексан, если использовать для разделения полярную фазу?
- a. Гексан, бензол, этиловый спирт;
 - b. Бензол, гексан, этиловой спирт;
 - c. Этиловый спирт, гексан, бензол;
 - d. Этиловый спирт, бензол, гексан;
33. Местоположение полосы поглощения функциональной группы в ИК-спектре не зависит:
- a. от структуры молекулы;
 - b. типа спектрометра;
 - c. растворения;
 - d. концентрации раствора.
34. Кюветы для снятия спектров ИК в раствора изготавливают:
- a. из органического стекла;
 - b. из галогенидов щелочных металлов;
 - c. из пластмассы;
 - d. из силикагеля.

35. Отличить внутримолекулярную и межмолекулярную водородную связь можно:
- снятием спектра при разбавлении;
 - снятие спектра без растворителя;
 - сменой растворителя;
 - невозможно отличить с помощью ИК-спектроскопии
36. Наличие в ИК-спектре полос поглощения при 920 – 980; 1640 и 3080 см^{-1} свидетельствует о наличии в молекуле:
- ароматического кольца;
 - карбонильные группы;
 - концевой двойной связи;
 - случайных набор данных.
37. Изолированная оксо-функция в кетонах характеризуется наличием в ИК-спектре сигналы
- $\nu=1710 \text{ см}^{-1}$;
 - $\nu=2400-3600 \text{ см}^{-1}$;
 - $\nu=1745 \text{ см}^{-1}$;
 - $\nu=1725 \text{ см}^{-1}$.
38. Какая характеристическая полоса будет наблюдаться в ИК-спектре после проведения следующих реакций?(№5.1, стр.96)



- 2200 см^{-1} ;
 - 730 см^{-1} ;
 - 1640 см^{-1} ;
 - 2870 см^{-1}
39. При поглощении энергии в УФ-спектре происходит:
- переход электрона со связывающей валентной орбитали на разрыхляющую орбиталь;
 - переход внутренних электронов;
 - изменение в состоянии спинов ядер;
 - колебания вдоль
40. По увеличению длины поглощения электронного перехода располагаются
- $\lambda_{\sigma-\sigma^*} < \lambda_{n-\sigma^*} < \lambda_{\pi-\pi^*} < \lambda_{n-\pi^*}$
 - $\lambda_{\pi-\pi^*} < \lambda_{\sigma-\sigma^*} < \lambda_{n-\pi^*} < \lambda_{n-\sigma^*}$
 - в любом порядке кроме (а)
41. Почему полосы поглощения карбонильной группой в УФ-спектре имеет низкую интенсивность?
- из-за поляризации связи;
 - из-за запрета $n-\pi^*$ переходов по локальной симметрии;
 - из-за высокой энергии перехода;
 - из-за высокого численного значения длины волны поглощения.

42. При нагревании бутадиена в автоклаве под давлением полученный продукт реакции имеет вид $\lambda_{max}=177$ нм, $\xi=12500$. Чему он соответствует?
- Исходному бутадиену
 - Циклобутану
 - Винилциклогексену
 - Октадиену-2,4
43. Для того, чтобы ядра были пригодны для получения ЯМР-спектра они должны обладать:
- Четным числом электронов
 - Четным числом нейтронов
 - Четным числом протонов
 - Магнитным моментом
44. Символ δ , измеряемый в миллионных долях, это:
- Стандарт
 - Химический сдвиг ядра относительно стандарта
 - Константа спин-спинового взаимодействия
 - Энергия ядра
45. В каких единицах не измеряется химический сдвиг
- Герцы
 - Миллионные доли
 - $\Delta\eta$ в герцах
 - см^{-1}
46. Какое требование не важно для внутреннего стандарта, используемого для снятия ЯМР-спектра
- инертность по отношению к исследуемому веществу;
 - минимальное количество сигналов в ЯМР;
 - хорошая растворимость и летучесть.
47. дальняя константа $J^{1,4}$ или $J^{1,5}$ становится заметной для
- насыщенных соединений
 - протонов, разделенных системой двойных или тройных сопряженных связей
 - для всех структур
 - не определяется никогда
48. наличие сигнала при 110-120 м.д. в углеродном спектре свидетельствует о о наличии в молекуле
- C=O группы
 - ароматического кольца
 - O-C-O или R-CH=CH₂ группы
 - такого сигнала не бывает в ЯМР-спектре
49. Если в масс-спектре молекулярный ион – нечетное число, то
- в молекуле четное количество атомов азота
 - в молекуле нечетное количество атомов азота
 - в молекуле нет азота

- d. это нитросоединение
- 50. по интенсивности иона $M+1$ в масс-спектре можно определить
 - a. количество атомов углерода в молекуле
 - b. количество CH_2 – групп
 - c. количество водородов в молекуле
 - d. малоинформативен
- 51. в масс-спектре могут наблюдаться ионы с удвоенной массой из за
 - a. перегруппировок
 - b. рекомбинации возбужденной молекулы
 - c. распад молекулярного иона
 - d. примесей
- 52. набор осколочных ионов в масс-спектре
 - a. хаотичен
 - b. подчиняется закономерностям распада органического соединения
 - c. не поддается интерпретации
 - d. по нему нельзя судить о структуре

4 вариант

- 53. Для очистки полярных молекул какой следует выбрать элюент?
 - a. инертной;
 - b. неполярной;
 - c. полярной;
 - d. газообразный.
- 54. Коэффициент распределение – это:
 - a. разница в температурах кипения веществ;
 - b. соотношение количества вещества в подвижной и неподвижной фазе;
 - c. скорость продвижения вещества по колонке;
 - d. количество вещества в пробе.
- 55. Какой элемент не содержится в детекторе на теплопроводности?
 - a. нить накаливания;
 - b. ионный источник;
 - c. штуцер для подачи анализируемого газа;
 - d. термостат
- 56. Какой метод используется для количественных расчетов при использовании внутреннего стандарта?
 - a. абсолютной калибровки;
 - b. относительной калибровки;
 - c. расчета отношения времени удержания;
 - d. расчета отношений коэффициентов расире.
- 57. Изучая ИК-спектр можно сделать вывод о:
 - a. качественном составе молекулы (наличие тех или иных функциональных групп);
 - b. расположение функциональных групп в пространстве;
 - c. чистоте образца;
 - d. физических константах соединения.

58. При снятии ИК-спектров в растворах используют кювету сравнения для того, чтобы:
- получить монохроматический свет;
 - компенсировать полосы растворения;
 - увеличить интенсивность полос поглощения;
 - изменить диапазон снятия ИК-спектра.
59. Основной ИК-спектр укладывается в диапазон частот:
- 400 – 4000 см^{-1}
 - 50 – 25000 см^{-1}
 - 300 – 8000 см^{-1}
 - можно установить любой интервал.
60. Если при разбавлении раствора широкая полоса поглощения при 3500 см^{-1} сдвигается в сторону больших частот (> 3600 см^{-1}), следовательно
- имеет место внутримолекулярную водородную связь;
 - имеется межмолекулярная водородная связь;
 - есть карбоксильная группа;
 - есть амидная группа.
61. Наличие двойной связи в α -положении к карбоксильной группе сдвигает полосу поглощения $\text{C}=\text{O}$
- в низкочастотную область на 20-25 см^{-1} ;
 - в высокочастотную область на 20-25 см^{-1} ;
 - не влияет на местоположение полосы поглощения
 - полосы исчезает из ИК-спектра.
62. Какие основные данные в ИК-спектре будут присутствовать в результате протекания следующих реакций? (№3.1, стр.94)
- $$\text{CH}_3\text{CHO} \xrightarrow[t]{\text{OH}^-} \text{A} \xrightarrow[t]{\text{H}^+, t} \text{B}$$
- 1640, 1695;
 - 1640, 1735;
 - 2870, 1695;
 - 3500, 1725.
63. Энергия, выделяющаяся при переходе электрона из возбужденного в основное состояние, переходит
- в тепло;
 - в колебательную энергию;
 - вызывает люминесценцию;
 - поглощается молекулой.
64. Закон Бугера выполняется
- в узких границах;
 - в широком интервале интенсивностей;
 - выполняется не для всех веществ;
 - выполняется только для узкого круга веществ.
65. Закон Бугера-Бера отражает
- поглощение света тонким слоем однородной среды пропорционально концентрации;
 - зависимость интенсивности от типа вещества;

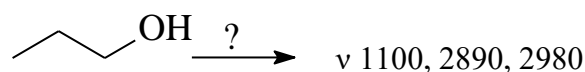
- с. зависимость интенсивности от чистоты;
зависимость от температуры.
66. $\lambda=217$ отвечает:
- Ацетилену
 - Бутадиену
 - Циклопентадиену
 - Этиловому спирту
67. Полосу поглощения 240 нм в УФ-спектре имеет:
- Циклопентадиен
 - Циклогексен
 - Циклооктадиен-1,5
 - Бутадиен
68. Заместители, вызывающие сдвиг полосы поглощения ароматического соединения при $\lambda=255$ нм и сглаживание ее тонкой структуры называются
- Хромофоры
 - Ауохромы
 - Синергисты
 - Ингибиторы
69. сигналы протонов и углеродных атомов ароматического кольца расположены в слабом поле из-за
- электроотрицательного кольца;
 - явления анизотропии;
 - плоского строения кольца;
 - содержащихся ауохромов.
70. вицинальные константы это
- взаимодействие протонов, расположенных у одного атома;
 - взаимодействиепротонов, расположенных у соседних атомов;
 - взаимодействие сближенных в пространстве протонов;
 - взаимодействие далеко расположенных в пространстве протонов.
71. химические сдвиги протонов и углеродных атомов в ЯМР индивидуальны из-за
- влияние окружения ядра на электронную плотность вокруг исследуемого ядра;
 - влияние магнитного момента;
 - влияние растворителя;
- влияние напряженности магнитного поля.
72. если в ЯМР ^{13}C спектре есть сигнал при 220-210 м.д., то в молекуле вероятнее всего есть
- кето-группа
 - альдегидная группа
 - сложноэфирная группа
 - амидная группа
73. в протонном спектре есть сигнал при $\delta=3,6$ м.д (синглет). скорее всего есть в структуре
- альдегидная группа
 - метильный эфир кислоты
 - метилкетон
 - изопропильная группа
74. в протонном спектре имеется единственный синглет с $\delta=2,1$ м.д. Это

- a. формальдегид
 - b. метилацетат
 - c. ацетон
 - d. бензол
75. В масс-спектропии предъявляются особые требования к чистоте образца, потому что
- a. используются высококипящие соединения
 - b. используются низкокипящие соединения
 - c. нужно очень небольшое количество образца
 - d. длительное время анализа
76. в масс-спектре, наряду с молекулярным ионом присутствует ион $B+2$ равной интенсивности. Это означает, что
- a. в молекуле есть азот
 - b. в молекуле есть хлор
 - c. в молекуле есть бром
 - d. в молекуле есть фтор
77. при расходе молекулы ABC образуются ионы
- a. ABC^+
 - b. AB^+
 - c. C^+
 - d. AB^+ , C^+ , BC^+ , AC^+
78. набор осколочных ионов в масс-спектре
- a. хаотичен
 - b. подчиняется закономерностям распада органического соединения
 - c. не поддается интерпретации
 - d. по нему нельзя судить о структуре

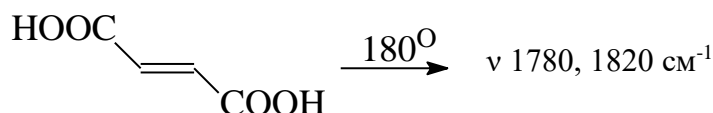
3 вариант

79. Какие носители не используются в жидкостной хроматографии?
- a. хроматографическую бумагу;
 - b. оксид алюминия;
 - c. оксид кремния;
 - d. высококипящую жидкость, нанесенную на твердый носитель.
80. Какую фазу обычно используют в газо-жидкостной хроматографии?
- a. асбест;
 - b. пемза;
 - c. кизельгур;
 - d. дублированные фазы (высококипящая жидкость, закрепленная на твердом носителе).
81. Поправочный коэффициент f_i вводится для
- a. учета количества подвижной фазы;
 - b. учета количества неподвижной фазы;
 - c. учета чувствительности детектора к данному классу веществ;
 - d. не нужен.

82. В каком порядке будет выходить с колонки фенол, метоксифенол и бензол, если использовать для разделения неполярную фазу?
- Фенол, метоксифенол, бензол;
 - Бензол, метоксифенол, фенол;
 - Не разделяется;
 - Необратимо сорбируются на колонке
83. Наличие ассоциатов или водородной связи смещает полосы поглощения участвующих функциональных групп:
- в низкочастотную область;
 - высокочастотную область;
 - не влияет ни местоположении полосы поглощения;
 - увеличивает интенсивность полосы поглощения.
84. Чего нельзя определить анализируя ИК-спектор?
- наличие функциональных групп;
 - класс анализируемого органического соединения;
 - чистоту образца;
 - предполагаемую структуру.
85. Для снятия ИК-спектр твердого образца не используют:
- раствор в подходящем растворителе;
 - суспензию в вазелиновом масле;
 - твердый раствор в KBr;
 - раствор в воде.
86. Если в ИК-спектре присутствует группа полос $\nu=3450, 3340 \text{ см}^{-1}$ и $\delta=1640 \text{ см}^{-1}$, то в молекуле присутствует:
- ОН – группа;
 - NH₂ – фрагмент;
 - SH – группа;
 - C≡N – группа.
87. Что произойдет, если в ИК-спектре наблюдаются следующие изменения?(№2.2, стр.94)



- получился пропен;
 - получился дипропиловый эфир;
 - получился пропиновый альдегид;
 - получился пропановая кислота.
88. Образовалось ли нужное соединение?(№2.3, стр.94)



- да;
- нет;
- затрудняюсь ответить;
- недостаточно данных.

89. По изменению энергии, требующейся для осуществления электронных переходов в УФ-спектры верен ряд
- $n\text{-}\pi^* < \pi\text{-}\pi^* < n\text{-}\sigma^* < \sigma\text{-}\sigma^*$
 - в любом порядке
90. Что такое хромофор?
- это та группа, которая отвечает за появление полосы поглощения в УФ-спектре;
 - группа, отвечающая за придание окраски соединению;
 - энергия электронных переходов;
 - не относится к характеристикам УФ-спектра.
91. Введение дополнительной связи в молекулу алкена в сопряжение к уже имеющейся
- увеличивает ϵ и λ_{max} ;
 - уменьшает ϵ и увеличивает λ_{max} ;
 - увеличивает ϵ и уменьшает λ_{max} ;
 - не влияет.
92. Поглощение $n\text{-}\pi^*$ характерно для следующего ряда соединений
- CH_3OH , CH_2O , CH_3NH_2
 - CH_3COCH_3 , CH_3COOH , CH_3CHO ;
 - CH_3COCH_3 , $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$, $\text{CH}_3\text{COOCH}_3$;
 - $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, CH_3CHO , CH_3COOH .
93. Введение заместителя в α -положение увеличивает λ_{max} на 12 нм для
- α,β -ненасыщенных альдегидов и кетонов;
 - сопряженных 1,3-диенов;
 - изолированных двойных связей;
 - ароматических систем.
94. При нагревании уксусного альдегида в присутствии кислого катализатора в УФ-спектре продукта появляется полоса поглощения при $\lambda_{max}=215$ нм, это свидетельствует, что:
- Образовался уксусный ангидрид
 - Образовалась уксусная кислота
 - Образовался кротоновый альдегид
 - Реакция не прошла
95. Символ J в ЯМР-спектроскопии означает:
- Константа спин-спинового взаимодействия
 - Химический сдвиг
 - Напряженность магнитного поля
 - Местоположение стандарта
96. Наличие электроноакцепторных заместителей у исследуемого ядра сдвигает сигнал в ЯМР-спектре ^1H или ^{13}C :
- Сильное поле
 - Слабое поле
 - Не влияет на местоположение сигнала
 - Неизвестно
97. Наличие электронодонорных заместителей у исследуемого ядра сдвигает местоположение сигнала в ЯМР-спектре ^1H или ^{13}C
- Сильное поле
 - Слабое поле

- c. Не влияет на местоположение сигнала
 - d. Неизвестно
98. для записи углеродного сигнала необходимо большое количество вещества, потому что
- a. ^{13}C -изотопа в природе мало;
 - b. требуется более длительное время;
 - c. другой режим снятия спектра;
 - d. другой прибор.
99. местоположение каждого протона и каждого углеродного атома можно рассчитать потому что
- a. существуют формулы, учитывающие влияние заместителей
 - b. каждый сигнал индивидуален и не зависит от структуры молекулы
 - c. есть поправочные коэффициенты для расчёта
 - d. не поддаётся расчёту
100. наличие сигнала $\delta=0,2-0,4\text{м.д.}$ в протонном спектре свидетельствует о наличии
- a. циклопропана
 - b. циклогексана
 - c. ароматического кольца
 - d. диеновой системы
101. в масс-спектре, наряду с молекулярным ионом присутствием ион $M+2$ с интенсивностью в три раза меньше. Это означает, что
- a. в молекуле есть азот
 - b. в молекуле есть хлор
 - c. в молекуле есть бром
 - d. в молекуле есть фтор
102. в масс-спектре, наряду с молекулярным ионом присутствует ион $B+2$ равной интенсивности. Это означает, что
- e. в молекуле есть азот
 - f. в молекуле есть хлор
 - g. в молекуле есть бром
 - h. в молекуле есть фтор
103. незаряженные частицы, образующиеся в масс-спектрометре
- a. отсасываются вакуумом
 - b. дополнительно подвергается ионизации
 - c. не образуются
 - d. не регистрируются
104. можно ли на основании масс-спектра сделать вывод, что продукт образовался в результате $[4+2]$ циклоприсоединения
- a. нет
 - b. с низкой вероятностью
 - c. можно, потому что в условиях масс-спектрометрии идет ретро-распад
 - d. можно, потому что в этом случае всегда регистрируется молекулярный ион

Критерии оценки

Тестирование проводится в системе Moodle, куда внесены критерии оценки

<http://moodle.bashedu.ru/course/view.php?id=2841>

5. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

5.1. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины

1. Куковинец О.С., Куковинец А.Г., Зайнуллин Р.А., Абдуллин М.И., Ланин С.Н. «Хроматография. Основы теории и применение», учебное пособие, Уфа, 2011г. (электронная версия-2014г.), РИЦ БашГУ, 206с., elib.bashedu.ru.
2. Куковинец О.С. «Применение оптических методов для идентификации органических соединений», учебное пособие, Уфа, РИЦ БашГУ, 2014г., 160с., elib.bashedu.ru.
3. Теренин В.И., Ливанцов М.В., Матвеева Е.Д., Ивченко П.В., Нифантьев И.Э. Практикум по органической химии, М: Бином, 2010г, . <http://ecatalog.bashlib.ru>

5.2. Дополнительная литература

1. Кунакова Р.В., Зайнуллин Р.А., Куковинец О.С. «Применение спектроскопии в органической химии» Москва, «Химия» 2007г., elib.bashedu.ru.
2. Ю.М. Воловенко, В.Г. Карцев, И.В. Комаров, А.В. Туров, В.П. Хиля. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса для химиков. ICSP, Москва. 2011. 702с.
3. Х.Гюнтер, Введение в курс спектроскопии ЯМР. М.: Мир, 1984. 480с., <http://xumuk.ru/>
<http://ecatalog.bashlib.ru>
5. В.А. Миронов В.А., Янковский С.А. Спектроскопия в органической химии. Сборник задач: учеб. пособие для вузов. М.: Химия, 1985, 232с., . <http://ecatalog.bashlib.ru>
6. методические разработки кафедры

5.3. Ресурсы информационно-телекоммуникационной сети «Интернет» для освоения дисциплины

1. <http://chemistry-chemists.com/chemister/chemie.htm>
2. <http://xumuk.ru/>
3. <http://chemister.da.ru/>
4. <http://chemistry.narod.ru/>
5. <http://www.chemport.ru/books/index.php>
6. <http://www.newlibrary.ru/book/>
- 7 <http://moodle.bashedu.ru/course/view.php?id=2841>
8. Пакет офисных приложений профессионального уровня Office Professional Plus 2013 Russian OLP NL Academic Edition № 0301100003613000104-1 от 17.06.2013 г.
3. Серверная операционная система Windows Server Standard 2012 Russian OLP NL Academic Edition 2Proc № 0301100003613000104-1 от 17.06.2013 г.
9. Операционная система для персонального компьютера Win SL & Russian OLP NL Academic Edition Legalization Get Genuine № 0301100003613000104-1 от 17.06.2013 г.
10. Обновление операционной системы для персонального компьютера Windows Professional 8 Russian Upgrade OLP NL Academic Edition № 0301100003613000104-1 от 17.06.2013 г.
11. Desktop Education ALNG LicSAPk OLVS E 1Y Academic Enterprise № 0301100003613000104-1 от 17.06.2013 г.

6. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине

<i>Наименование специализированных аудиторий, кабинетов,</i>	<i>Вид занятий</i>	<i>Наименование оборудования, программного обеспечения</i>
--	--------------------	--

<i>лабораторий</i>		
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
<p>1. учебная аудитория для проведения занятий лекционного и семинарского типа: аудитория № 402 (учебный корпус, Мингажева, 100)</p> <p>2. учебная аудитория для проведения занятий лекционного и семинарского типа: аудитория № 405 (учебный корпус, Мингажева, 100)</p>	Лекции	<p>Аудитория № 405 Учебная мебель, учебно-наглядные пособия, доска, мультимедиа проектор Mitsubishi EX 320U, экран Dinon Electric L150*200 MW</p> <p>Аудитория № 402 Учебная мебель, доска</p>
<p>1. учебная аудитория для проведения занятий лекционного и семинарского типа: аудитория № 402 (учебный корпус, Мингажева, 100)</p>	Практическая часть лабораторных занятий	<p>Аудитория № 402 Учебная мебель, доска</p>
Центр коллективного пользования УНЦ РАН	Лабораторные занятия на базе совместной учебно-научной лаборатории	Лаборатория спектральных методов анализа УФИХ УФИЦ РАН
<p>Помещения для самостоятельной работы: библиотека, аудитория № 201 (учебный корпус, Мингажева, 100) библиотека, аудитория № 201 (Физ. мат. корпус)</p>	Подготовка к сдаче коллоквиумов, написанию самостоятельных и контрольных работ	<p>Аудитория № 201 (учебный корпус, Мингажева, 100) Pentium G2130/4Гб/500Гб/21,5"/Кл/мышь ПК в компл. Фермо Intel Intel Pentium G2130/4Гб/500Гб/21,5"/Кл/мышь</p> <p>Аудитория № 201 (физико-математический корпус) Pentium G2130/4Гб/500Гб/21,5"/Кл/мышь -50 шт. ПК в компл. Фермо Intel. Моноблок №1 Фермо AMD A8-5500 – 50 шт.</p>
<p>учебная аудитория для проведения групповых и индивидуальных консультаций, учебная аудитория для текущего контроля и промежуточной аттестации: аудитория № 403 (учебный корпус, Мингажева,</p>	Подготовка к тестированию и тестирование	<p>Учебная мебель, доска, коммутатор HP V1410-24G, персональный компьютер в комплекте Lenovo ThinkCentre All-In-One - 12 шт. персональный компьютер Моноблок барбон ECS G11-21ENS6B 21.5 G870/2GDDR31333/320G</p>

100)		<p>SATA/DVD+RW -12 шт.,</p> <p>сервер №2 Depo Storm1350Q1,</p> <p>коммутатор Hewlett Packard HP V1410-8 G</p> <p>Программное обеспечение:</p> <p>1. Учебный класс АРМ Win Machine на 24 сетевых учебных лицензий (+2 преподавательских лицензий). Договор №263 от 07.12.2012 г.</p> <p>2. Учебный Комплект Компас-3D V13 на 50 мест. Проектирование и конструирование в машиностроении (лицензия). Договор №263 от 07.12.2012 г.</p> <p>3. Учебный Комплект программного обеспечения Расчетно-информационная система Электронный справочник Конструктора, редакция 3 на 50 мест, лицензия. Договор №263 от 07.12.2012 г.</p>
------	--	--

ФГБОУ ВО «БАШКИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
ИНЖЕНЕРНЫЙ ФАКУЛЬТЕТ

СОДЕРЖАНИЕ РАБОЧЕЙ ПРОГРАММЫ

дисциплины

Физико-химические методы анализа природных и синтетических материалов

На 8 семестр

Форма обучения

Очная

Вид работы	Объем дисциплины
Общая трудоемкость дисциплины (ЗЕТ / часов)	5/180
Учебных часов на контактную работу с преподавателем:	121,2
лекций	60
практических/ семинарских	
лабораторных	60
Другие виды работ (ФКР)	1,2
Учебных часов на самостоятельную работу обучающихся (СРС)	31,8
Учебных часов на подготовку к экзамену (контроль)	27

Форма контроля:

Экзамен 8 семестр

№ п/п	Тема и содержание	Форма изучения материалов: лекции, практические занятия, семинарские занятия, лабораторные работы, самостоятельная работа и трудоемкость (в часах)	Основная и дополнительная литература, рекомендуемая студентам (номера из списка)	Задания по самостоятельной работе студентов	Форма текущего контроля успеваемости (коллоквиумы, контрольные работы,
----------	-------------------	--	--	---	--

		ЛК	ФКР	ЛР	СР			
1	Теоретические основы физико-химических методов исследования. Критерии объединения оптических методов в единый класс, теория взаимодействия электромагнитного излучения с веществом, приводящего к различным энергетическим переходам, регистрируемым экспериментально. Основные характеристики взаимодействия электромагнитного излучения с веществом (частота, длина волны, волновое число).	10		4	4	Основная 2, с. 3-7, 36-42 Дополнительная 1. с. 4-11	Основная 2, с. 3-7, 36-42 Дополнительная 1. с. 4-11 120-136	Контрольная работа по теории Устный опрос (собеседование перед лабораторной)
2.	Инфракрасные спектры и их взаимосвязь со строением органических соединений Теория возникновения	10		10	6,7	Основная 2, с. 8- 42 Дополнительная 1. с. 4-11	Основная 2, с. 92-101 Дополнительная 1. с. 4-11 120-136	Контрольная работа по теории Устный опрос (собеседование перед лабораторной Конттрольная работа по практике

	<p>инфракрасных спектров, квантово-механический подход к описанию колебательных спектров. Фундаментальные, обертоновые и составные частоты. Правила отбора и интенсивность в ИК-поглощении. Колебания сложных молекул. Техника и методика ИК-спектроскопии и спектроскопии КР. Устройство ИК-спектрометра, требования к образцу и условия съемки. Применение методов колебательной спектроскопии для качественного и количественного анализа структуры органических соединений. Характеристические частоты различных функциональных групп.</p>			16	4	Основная	Основная	<p>Работа в составе группы Решение задач их книги</p>
3.	Методы электронной	8		16	4	Основная	Основная	Контрольная работа

<p>спектроскопии УФ-спектроскопия как метод исследования строения молекул, теория метода. Успектроскопия в видимой и УФ-областях. Характеристики электронных состояний многоатомных молекул. Симметрия и правила запрещенных переходов. Классификация и отнесение электронных переходов. Применение электронных спектров поглощения в качественном, структурном и количественном анализе. Специфика электронных спектров поглощения различных молекул. Спектры сопряженных систем и пространственные эффекты. Техника спектроскопии в</p>					2, с. 101-110, 120-124	2, с. 101-111, 138-157 Дополнительная 1, с. 42-53, 136-146	<p>по теории Устный опрос (собеседование) перед лабораторной Конттрольная работа по практике Работа в составе группы Решение задач их книги</p>
---	--	--	--	--	------------------------	---	---

	видимой и УФ-областях.							
4.	<p>Метод ядерного магнитного резонанса</p> <p>Физические основы явления ядерного магнитного резонанса. Условия появления ЯМР-спектров. Явление насыщения, релаксационные процессы, влияние условий снятия спектра на его качество.</p> <p>Основные характеристики спектров ЯМР. Абсолютные величины и относительный химический сдвиг. Влияние электронного окружения на химический сдвиг. Спин-спиновое взаимодействие ядер, его природа, мультиплетность, распределение интенсивности. Метод двойного ядерного магнитного резонанса.</p>	10		11	7	<p>Дополнительная 1, с.53-84</p> <p>5. с.72-88</p> <p>Методические разработки кафедры</p>	<p>Дополнительная 1, с. 147-156, 75-84</p>	<p>Контрольная работа по теории</p> <p>Устный опрос (собеседование перед лабораторной</p> <p>Конттрольная работа по практике</p> <p>Работа в составе группы</p> <p>Решение задач их книги</p>

	<p>Химические сдвиги основных видов протонов органических соединений.</p> <p>Спектроскопия ЯМР¹³C. Применение ПМР и ЯМР¹³C спектров для установки структуры органических соединений.</p> <p>Техника и методика снятия спектров ЯМР. Требования к образцу, растворителю и условиям снятия ЯМР-спектров.</p>							
5.	<p>Масс-спектрометрия</p> <p>Методы ионизации, электронный удар, фотоионизация, химическая ионизация. Типы ионов в масс-спектрометрии, электростатически неоднородное поле.</p> <p>Принципиальная схема масс-спектрометра.</p> <p>Фокусирующее Действие однородного</p>	4		5	1	Дополнительная 1, с.85-120	Дополнительная 1, с. 147-157	Контрольная работа по теории Решение задач их книги

	<p>поперечного магнитного поля. Электростатическая фокусировка. Разрешающая сила масс-спектрометра. Применение масс-спектрометрии. Идентификация образца. Исследования галогенидов и азотсодержащих соединений.</p>							
6.	<p>Хроматографические методы анализа Классификация методов хроматографии, краткая характеристика каждого из них. Достоинства и недостатки газо-жидкостной и ФЛЭШ-хроматографии, области применения</p>	8		9	2	<p>Основная 1с. 8-50, 56-64, 80-117, 132-136</p>	<p>Основная 1с. 45-50, 59-79, 119-131, 132-136, 138-157</p>	<p>Контрольная работа по теории Устный опрос (собеседование перед лабораторной Конттрольная работа по практике Работа в составе группы Решение задач их книги</p>

7.	Решение задач на комплексное применение всех методов (ИК-, УФ-, ЯМР-спектроскопия, масс-спектрометрия).	10	1,2	4	6,6	Дополнительная 1, с. 166-270 Методические разработки кафедры	Дополнительная 1, с. 166-270 Методические разработки кафедры	Контрольная работа по теории Устный опрос (собеседование перед лабораторной) Конттрольная работа по практике Работа в составе группы Решение задач их книги
8.	Всего часов:	60	1,2	60	31,8			

