

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Щёкина Вера Витальевна
Должность: Ректор
Дата подписания: 05.03.2026 09:16:44
Уникальный программный ключ:
a2232a55157e576551a8999b1190892af58989420420336ffbf573a434e57780



**МИНИСТЕРСТВО ПРОСВЕЩЕНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

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

**ОСНОВНАЯ ОБРАЗОВАТЕЛЬНАЯ ПРОГРАММА
Рабочая программа дисциплины**

УТВЕРЖДАЮ

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

 **И.А. Трофимцова**
«30» мая 2024 г.

**Рабочая программа дисциплины
ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ В ХИМИИ**

**Направление подготовки
04.03.01 ХИМИЯ**

**Профиль
«АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ»**

**Уровень высшего образования
БАКАЛАВРИАТ**

**Принята на заседании кафедры химии
(протокол № 8 от «30» мая 2024 г.)**

Благовещенск 2024

СОДЕРЖАНИЕ

1 ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА	3
2 УЧЕБНО-ТЕМАТИЧЕСКОЕ ПЛАНИРОВАНИЕ	4
3 СОДЕРЖАНИЕ ТЕМ (РАЗДЕЛОВ)	8
4 МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ (УКАЗАНИЯ) ДЛЯ СТУДЕНТОВ ПО ИЗУЧЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ	11
5 ПРАКТИКУМ ПО ДИСЦИПЛИНЕ	12
6 ДИДАКТИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ(САМОКОНТРОЛЯ) УСВОЕННОГО МАТЕРИАЛА	26
7 ПЕРЕЧЕНЬ ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ПРОЦЕССЕ ОБУЧЕНИЯ	41
8 ОСОБЕННОСТИ ИЗУЧЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ ИНВАЛИДАМИ И ЛИЦА- МИ С ОГРАНИЧЕННЫМИ ВОЗМОЖНОСТЯМИ ЗДОРОВЬЯ	41
9 СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННЫХ РЕСУРСОВ	42
10 МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ БАЗА	42
11 ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ И ДОПОЛНЕНИЙ	45

1 ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

1.1 Цель дисциплины: сформировать знания о принципиальных основах, практических возможностях и ограничениях важнейших физических методов исследования.

1.2 Место дисциплины в структуре ООП

Дисциплина «Физические методы исследования в химии» относится к дисциплинам обязательной части блока Б1 (Б1.О.16).

Для освоения дисциплины «Физические методы исследования в химии» обучающиеся используют знания, умения, сформированные в ходе изучения дисциплин «Неорганическая химия», «Физика», «Математика».

1.3 Дисциплина направлена на формирование следующих компетенций: ОПК-1, ПК-1, ПК-2, ПК-5:

- **ОПК-1.** Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений, **индикаторами** достижения которой является:

- ОПК-1.1 Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов.

- ОПК-1.2 Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии.

- ОПК-1.3 Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.

- **ПК-1.** Владеет системой фундаментальных химических понятий и законов, **индикаторами** достижения которой является:

- ПК-1.1 Понимает основные принципы, законы, методологию изучаемых химических дисциплин, теоретические основы физических и физико-химических методов исследования.

- ПК-1.2 Использует фундаментальные химические понятия в своей профессиональной деятельности.

- ПК-1.3 Интерпретирует полученные результаты, используя базовые понятия химических дисциплин.

- **ПК-2.** Способен выбрать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации, **индикаторами** достижения которой является:

- ПК-2.1 Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР.

- ПК-2.3 Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР.

- **ПК-5.** Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения под руководством специалистов более высокой квалификации, **индикаторами** достижения которой является:

- ПК-5.1 Выбирает методы и средства контроля качества, сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения на соответствие требуемой нормативной документации.

- ПК-5.2 Выполняет стандартные операции на типовом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического производства.

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

- **знать:**

- основные современные методы исследования неорганических веществ;
- методы и способы обработки информации результатов химического эксперимента, результатов наблюдений и измерений;

- основные методы исследования, и математической обработки данных химического эксперимента;

- - принципиальные схемы и основы эксперимента;
- общую характеристику и классификацию методов;
- роль и значение физико-химических методов;

- **уметь:**

- - использовать различные подходы, применяемые для обработки экспериментальных данных;

- решать экспериментальные задачи;

- использовать приемы и методы физико-химических измерений;

- интерпретировать и грамотно оценивать экспериментальные данные, в том числе публикуемые в научной литературе;

- проводить анализ соединений и интерпритировать полученные результаты;

- обрабатывать, анализировать и обобщать результаты наблюдений и измерений;

- **владеть:**

- методами регистрации и компьютерной обработки результатов химического эксперимента;

- навыками работы с лабораторным оборудованием и проводить эксперименты с соблюдением правил техники безопасности;

- основными методиками определения и изучения различных химических систем, законами, лежащими в основе методов анализ;

- способами ориентации в профессиональных источниках информации (журналы, сайты, образовательные порталы).

1.5 Общая трудоемкость дисциплины «Физические методы исследования в химии» составляет 4 зачетных единицы (далее – ЗЕ) (144 часа).

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

1.6 Объем дисциплины и виды учебной деятельности

Объем дисциплины и виды учебной деятельности

Вид учебной работы	Всего часов	Семестр 4
Общая трудоемкость	144	144
Аудиторные занятия	66	66
Лекции	32	32
Лабораторные работы	12	12
Практические работы	22	22
Самостоятельная работа	42	42
Вид итогового контроля:	36	36 экзамен

2 УЧЕБНО-ТЕМАТИЧЕСКОЕ ПЛАНИРОВАНИЕ

Учебно-тематический план

	Наименование	Всего часов	Аудиторные занятия	Самостоя-
--	---------------------	--------------------	---------------------------	------------------

№	тем (разделов)		Лекции	Лабо- ратор- ные заня- тия	Пра- кти- че- ски е заня- ния	тельная работа
I	Введение в физические ме- тоды исследования	6	2		2	2
II	Геометрия молекул	18	6		4	8
	1. Параметры, определяющие гео- метрию молекул	1	1			
	2. Определение геометриче- ских параметров молекул	1	1			
	Практическая работа «Законо- мерности изменения основных геометрических параметров молекул»	6			2	4
	3. Элементарные сведения о свойствах симметрии молекул	4	4			
	Практическая работа «Сим- метрия молекул и кристаллов. Теория групп»	6			2	4
III	Методы определения электриче- ских дипольных моментов	8	2		2	4
	1. Взаимодействие полярной моле- кулы с электростатическим полем. Уравнение Дебая для линейной мо- лекулы.	1	1			
	2. Первый и второй метод Дебая. Метод молекулярных пучков	1	1			
	Практическая работа «Определение дипольных моментов молекул»	6			2	4
IV	Методы определения геометрии молекул и веществ	12	6		2	4
	1. Метод вращательной спектро- скопии	2	2			
	2. Методы колебательной спектро- скопии (ИК, КР)	2	2			
	3. Газовая электронография	2	2			

	Практическая работа «Определение геометрии молекул и веществ»	6			2	4
V	Магнетохимические и электрооптические методы исследования	8	3		2	3
	1. Поведение вещества во внешнем магнитном поле	1	1			
	2. Природа явлений диа-, пара-, ферро- и ферромагнетизма	1	1			
	3. Магнитные свойства неорганических соединений и комплексов переходных металлов	1	1			
	Практическая работа «Магнитные свойства молекул»	5			2	3
VI	Резонансные методы	31	6	10	4	11
	1. Метод ЯМР (условие резонанса, химсдвиг, спин-спиновое взаимодействие ядер, техника и методика эксперимента, применение)	2	2			
	Практическая работа «Резонансные методы исследования»	5			2	3
	Лабораторная работа «Интерпретация спектров ЯМР комплексов переходных металлов». «Расшифровка спектров ПМР»	4		2		2
	Лабораторная работа «Расшифровка спектров ПМР»	4		2		2
	2. Метод ЭПР (условие ЭПР, g-фактор, природа СТС, ДСТС, число компонент мультиплета, распределение интенсивности)	2	2			
	Лабораторная работа «Расчет основных параметров спектров ЭПР магнитно-разбавленных комплексов никеля: 1) с аксиальной симметрией 2) с ромбической симметрией»	10		6		4
	3. Мессбауэровская спектроскопия	2	2			
	Практическая работа «Мессбауэровская спектроскопия»	2			2	
VII	Дифракционные методы	9	3	2	2	2
	1. Дифракция рентгеновских лучей	1	1			
	2. Дифракция электронов	1	1			

	3. Дифракция нейтронов	1	1			
	Практическая работа «Общие особенности дифракции»	3			2	1
	Лабораторная работа: «Дифракция. Расшифровка рентгенограмм»	3		2		1
VIII	Спектроскопические методы исследования	6	2		2	2
	Практическая работа «Основные критерии спектроскопических методов исследования»	6	2		2	2
IX	Методы масс-спектрометрии	6	2		2	2
	1. Методы ионизации	1	1			
	2. Схемы масс-спектрометров Идентификация вещества, таблицы массовых чисел, соотношение изотопов	1	1			
	Практическая работа «Масс-спектрометрия»	4			2	2
X	Методы исследования оптически активных веществ	4				4
Экзамен		36				
ИТОГО		108	32	12	22	42

Интерактивное обучение по дисциплине

№	Наименование тем (разделов)	Вид занятия	Форма интерактивного занятия	Кол-во часов
1.	Симметрия молекул и кристаллов. Теория групп	ПР	Работа в малых группах	2
2.	Закономерности изменения основных геометрических параметров молекул	ПР	Работа в малых группах	2
3.	Определение дипольных моментов молекул	ПР	Работа в малых группах	2
4.	Метод ЯМР (условие резонанса, химсдвиг, спин-спиновое взаимодействие ядер, техника и методика эксперимента, применение)	ЛК	Лекция с ошибками	2
5.	Интерпретация спектров ЯМР комплексов переходных металлов. Расшифровка спектров ПМР	ЛР	Работа в малых группах	4
6.	Расчет основных параметров спектров ЭПР магнитно-разбавленных комплексов никеля: 1) с аксиальной сим-	ЛР	Работа в малых группах	6

	метрий 2) с ромбической симметрией			
7.	Дифракция. Расшифровка рентгенограмм	ПР	Работа в малых группах	2
8.	Масс-спектрометрия	ПР	Просмотр и обсуждение видеофильма	2
ИТОГО				22

3 СОДЕРЖАНИЕ ТЕМ (РАЗДЕЛОВ)

I ВВЕДЕНИЕ В ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Введение. Общая характеристика и классификация методов. Прямая и обратная задачи. Понятие корректно и некорректно поставленных задач.

Спектроскопические, дифракционные, электрические и магнитные методы. Энергетические характеристики различных методов. Чувствительность и разрешающая способность метода. Характеристическое время метода. Интеграция методов.

II ГЕОМЕТРИЯ МОЛЕКУЛ

Параметры, определяющие геометрию молекулы

Понятие равновесной геометрической конфигурации молекулы. Параметры, определяющие геометрию молекулы: межъядерные расстояния, валентные углы, углы внутреннего вращения.

Определение геометрических параметров молекул.

Закономерности в равновесных значениях межъядерных расстояний связанных атомов. Зависимость длин связей от ближайшего окружения.

Закономерности в равновесных значениях двугранных углов и углов внутреннего вращения. Понятие конформации молекулы.

Элементарные сведения о свойствах симметрии молекул

Симметрия равновесной геометрической конфигурации молекулы. Элементы симметрии (ось симметрии, плоскость симметрии, зеркально-поворотная плоскость). Операции симметрии. Точечные группы симметрии (системы Шёнфлиса, Германа-Могена). Приводимые и неприводимые представления, характеры представлений. Применение теории групп в химии.

III МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ДИПОЛЬНЫХ МОМЕНТОВ МОЛЕКУЛ

Взаимодействие полярной молекулы с электростатическим полем. Ориентационная поляризация и ее связь с диэлектрической проницаемостью и дипольным моментом молекул; классический и квантово - механический подходы к выводу уравнения Дебая для линейной молекулы или жесткого диполя. Эффект Штарка.

Определение дипольного момента в газах (первый метод Дебая) и растворах (второй метод Дебая). Применение данных для определения симметрии и конформации молекул, энергетика внутреннего вращения и комплексообразования.

Метод молекулярных пучков. Метод электрического резонанса. Определение дипольных моментов и структуры молекул труднолетучих соединений и нестабильных молекул.

IV МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЕОМЕТРИИ МОЛЕКУЛ И ВЕЩЕСТВ

Метод вращательной спектроскопии

Схема радиоспектрометра. Условия получения микроволнового спектра полярных молекул. Область частот. Типы спектров. Правила отбора. Использование Фурье-спектрометров для исследования ван-дер-ваальсовых молекул и малостабильных молекул. Возможности обнаружения молекул в межзвездной среде.

Определение дипольного момента молекул из микроволновых спектров.

Определение геометрических параметров молекул из микроволновых спектров. Метод изотопического замещения.

Методы колебательной спектроскопии (ИК, КР-спектроскопия)

Стоксовы и антистоксовы линии КР. Ламповое и лазерное возбуждение спектров КР. Определение геометрических параметров неполярных молекул. Техника и методики ИК-спектроскопии и спектроскопии КР. Аппаратура ИК-спектроскопии, прозрачные материалы, приготовление образцов. Аппаратура спектроскопии КР, преимущества лазерных источников возбуждения.

Газовая электронография

Схема эксперимента. Условия получения электронограмм. Совместное использование газовой электронографии и микроволновой спектроскопии.

V МАГНЕТОХИМИЧЕСКИЕ И ЭЛЕКТРООПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Поведение вещества во внешнем постоянном магнитном поле. Магнитная индукция, магнитная проницаемость и магнитная восприимчивость вещества.

Природа явлений диа-, пара-, ферро- и ферримagnetизма. Диамагнетизм вещества и аддитивная схема Паскаля. Примеры структурного анализа в органической химии с помощью магнетохимического метода.

Природа парамагнетизма. Квантово - механический подход к описанию парамагнитного поведения системы с $s = 0$. Законы Кюри и Кюри-Вейса. Микроскопическая природа магнетизма. Магнитный момент парамагнитных систем с $s > 0$.

Орбитальный магнитный момент и спин-орбитальное взаимодействие.

Магнитные свойства неорганических соединений и комплексов переходных металлов.

Особенности магнитных свойств полиядерных комплексов.

VI РЕЗОНАНСНЫЕ МЕТОДЫ

Метод ЯМР

Физические основы явления ядерного магнитного резонанса. Снятие вырождения спиновых состояний в постоянном магнитном поле. Условие ядерного магнитного резонанса. Заселенность уровней энергии, насыщение, релаксационные процессы и ширина сигнала. Электрический квадрупольный момент ядер. Взаимодействие «квадрупольного ядра» с неоднородным электрическим полем.

Химический сдвиг и спин-спиновое расщепление в спектрах ЯМР. Константа экранирования ядра. Относительный химический сдвиг, его определение и использование в химии. Спин-спиновое взаимодействие ядер, его природа, число компонент мультиплетов, распределение интенсивности, правило сумм.

Применение спектров ЯМР в химии. Техника и методика эксперимента. Структурный анализ. Химическая поляризация ядер. Блок-схема спектрометра ЯМР, типы спектрометров. Характер образцов.

Метод ЭПР

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

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

Мессбауэровская спектроскопия

γ -Резонансная ядерная флуоресценция, эффект Мессбауэра. Энергия испускаемых и поглощаемых γ -квантов. Допплеровское уширение и энергия отдачи. Процедура получения γ -резонансных спектров. Химический (изомерный) сдвиг, влияние химического окру-

жения. Квадрупольные и магнитные взаимодействия. Возможности применения γ -резонансной спектроскопии в химии и ограничения.

VII ДИФРАКЦИОННЫЕ МЕТОДЫ

Общие особенности дифракции. Условие Вульфа-Брэгга. Дифракция рентгеновских лучей. Рентгеновская кристаллография. Рентгеноструктурный анализ (Метод Лауэ, порошка, вращения, качания, четырехкружный дифрактометр) Возможности и ограничения методов. Дифракция нейтронов. Достоинства и недостатки метода. Дифракция электронов. Электронографический метод. Интерпретация дифракционной картины. Атомные амплитуды рассеяния для различных микрочастиц

VIII СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Дифракция рентгеновских лучей.

Дифракция электронов.

Дифракция нейтронов.

Основные критерии объединения разнообразных физических методов анализа в единый класс спектроскопических методов. Главный критерий отнесения физического метода анализа к спектроскопическому - взаимодействие электромагнитного излучения с веществом, приводящее к различным энергетическим переходам, регистрируемым экспериментально.

Природа электромагнитного излучения, различные типы его взаимодействия с веществом (периодические изменения электрических и магнитных дипольных моментов). Основные характеристики излучения (частота, длина волны, волновое число). Электронные, колебательные, вращательные, спиновые и ядерные переходы как результат различных типов внутриатомных или внутримолекулярных взаимодействий, определяющих соответствующую спектральную область. Спектры испускания, поглощения и рассеяния атомов, ионов и молекул.

IX МЕТОДЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Методы ионизации: электронный удар, фотоионизация, электростатическое неоднородное поле, химическая ионизация. Комбинированные методы. Диссоциативная ионизация. Типы ионов в масс-спектрометрах.

Схемы масс-спектрометров

Идентификация вещества, таблицы массовых чисел, соотношение изотопов

Принципиальная схема масс-спектрометра Демпстера. Разрешающая сила масс-спектрометра. Ионный источник. Времяпролетный масс-спектрометр. Квадрупольный масс-спектрометр. Спектрометр ион-циклотронного резонанса. Применение масс-спектрометрии. Идентификация вещества. Таблицы массовых чисел. Соотношение изотопов.

X МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ОПТИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

Дисперсия оптического вращения. Схема эксперимента. Применения к изучению конфигурации и конформации оптически активных веществ. Правило октантов. Оптический круговой дихроизм. Схема измерений кругового дихроизма. Область применения в стереохимии и электронном строении оптически активных веществ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

4 МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ (УКАЗАНИЯ) ДЛЯ СТУДЕНТОВ ПО ИЗУЧЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

Рабочая программа дисциплины предназначена для самостоятельной работы студентов, но может быть использована и при проведении практических и лабораторных работ.

Рабочая программа дисциплины составлена в соответствии с учебным планом специальности и государственным стандартом.

Учебно-методические материалы по подготовке практических занятий содержат планы проведения занятий с указанием рассматриваемых вопросов, описание лабораторных работ.

При подготовке к занятиям студенту необходимо изучить рекомендуемую литературу, в разделе «Дидактические материалы...» ответить на контрольные вопросы. Одни из них требуют простого воспроизведения изученного материала, другие – творческого подхода к решению вопросов и задач. Для выполнения заданий необходимо изучить рекомендуемую литературу по данной теме. Систематическое выполнение заданий формирует навыки решения расчетных задач, умение работать с учебной и справочной литературой.

При подготовке к лабораторным работам студент должен повторить теоретические вопросы данной темы, составить в тетради описание работы, дополнить расчетами, выводами.

В рабочей программе содержатся также варианты контрольной работы, которая позволит проверить уровень усвоения изученного материала.

Изучение курса завершается экзаменом, вопросы к которому приведены в рабочей программе.

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов по дисциплине

№	Наименование раздела (темы)	Формы/виды самостоятельной работы	Количество часов, в соответствии с учебно-тематическим планом
1.	Введение в физические методы исследования	Изучение литературы Конспектирование изученных источников	2
2.	Геометрия молекул	Изучение литературы Конспектирование изученных источников	8
3.	Методы определения электрических дипольных моментов	Изучение литературы Решение расчетных задач	4
4.	Методы определения геометрии молекул и веществ	Изучение литературы Конспектирование изученных источников	4
5.	Магнетохимические и электрооптические методы исследования	Изучение литературы Конспектирование изученных источников	3
6.	Резонансные методы	Изучение литературы Оформление лабораторной работы Подготовка отчета по лабораторной работе Решение расчетных задач	11

7.	Дифракционные методы	Изучение литературы Конспектирование изученных источников	2
8.	Спектроскопические методы исследования	Изучение литературы Конспектирование изученных источников	2
9.	Методы масс-спектрометрии	Изучение литературы Конспектирование изученных источников	2
10.	Методы исследования оптически активных веществ	Изучение литературы Конспектирование изученных источников	4
	ИТОГО		42

5 ПРАКТИКУМ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Практическая работа 1

Тема: «Введение в физические методы исследования»

Вопросы к занятию

1. Общая характеристика и классификация методов.
2. Прямая и обратная задачи. Понятие корректно и некорректно поставленных задач.
3. Спектроскопические, дифракционные, электрические и магнитные методы.
4. Энергетические характеристики различных методов.
5. Чувствительность и разрешающая способность метода.
6. Характеристическое время метода.
7. Интеграция методов.

1. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

Практическая работа 2

Тема: «Закономерности изменения основных геометрических параметров молекул»

Вопросы к занятию

1. Понятие равновесной геометрической конфигурации молекулы.
2. Параметры, определяющие геометрию молекулы:
 - а) межъядерные расстояния;
 - б) валентные углы;
 - в) углы внутреннего вращения.
3. Закономерности в равновесных значениях межъядерных расстояний связанных атомов.
4. Зависимость длин связей от ближайшего окружения.
5. Закономерности в равновесных значениях двугранных углов и углов внутреннего вращения.
6. Понятие конформации молекулы.

1. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

Практическая работа 3

Тема: «Симметрия молекул и кристаллов. Теория групп»

Вопросы к занятию

1. Симметрия равновесной геометрической конфигурации молекулы.
2. Элементы симметрии:
 - а) ось симметрии;
 - б) плоскость симметрии;
 - в) зеркально-поворотная плоскость.
3. Операции симметрии.
4. Теория групп. Точечные группы симметрии (системы Шёнфлиса, Германа-Могена).
5. Приводимые и неприводимые представления, характеры представлений.
6. Применение теории групп в химии.

1. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

Практическая работа 4

Тема: «Определение дипольных моментов молекул»

Вопросы к занятию

1. Понятие дипольного момента.
2. Ориентационная поляризация и ее связь с диэлектрической проницаемостью и дипольным моментом молекул.
3. Уравнения Дебая для линейной молекулы или жесткого диполя (классический и квантово-механический).
4. Эффект Штарка.
5. Определение дипольного момента
 - а) в газах (первый метод Дебая);
 - б) в растворах (второй метод Дебая).
6. Метод молекулярных пучков.
7. Метод электрического резонанса.

1. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

Практическая работа 5

Тема: «Определение геометрии молекул и веществ»

Вопросы к занятию

1. Метод вращательной спектроскопии (схема радиоспектрометра, условия получения спектров, правила отбора).
2. Определение дипольного момента молекул из микроволновых спектров.
3. Определение геометрических параметров молекул из микроволновых спек-

тров.

4. Метод изотопического замещения.
5. Методы колебательной спектроскопии (ИК, КР-спектроскопия).
6. Газовая электронография (схема эксперимента, условия получения электронограмм).

1. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

Практическая работа 6

Тема: «Магнитные свойства молекул»

Вопросы к занятию

1. Магнитная индукция.
2. Магнитная проницаемость.
3. Магнитная восприимчивость вещества.
4. Диа-, пара-, ферро- и ферримагнетизм.
5. Магнитные свойства неорганических соединений и комплексов переходных металлов.
6. Особенности магнитных свойств полиядерных комплексов.
7. Методы измерения магнитной восприимчивости.

1. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

Практическая работа 7, 8

Тема: «Резонансные методы исследования»

Вопросы к занятию

Метод ЯМР

1. Сущность метода ЯМР.
2. Условие ядерного магнитного резонанса.
3. Заселенность уровней энергии, насыщение, релаксационные процессы и ширина сигнала.
4. Электрический квадрупольный момент ядер.
5. Химический, относительный химический сдвиг, определение и использование в химии.
6. Спин-спиновое взаимодействие ядер.

Особенности ЭПР спектроскопии

1. Принципы спектроскопии электронного парамагнитного (спинового) резонанса.
2. g-фактор и его значение.
3. Константа СТС, ДСТС. Тонкое расщепление.
4. Блок-схема спектрометра ЭПР, особенности эксперимента, достоинства и ограничения метода.

1. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

Практическая работа 9

Тема: «Общие особенности дифракции»

1. Общие особенности дифракции. Условие Вульфа-Брэгга.
2. Дифракция рентгеновских лучей.
3. Рентгеноструктурный анализ (методы Лауэ, порошка, вращения, качания; метод Вайссенберга, четырехкружный дифрактометр).
4. Дифракция нейтронов. Достоинства и недостатки метода.
5. Дифракция электронов.
6. Электронографический метод.
7. Атомные амплитуды рассеяния для различных микрочастиц.

1. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

Практическая работа 10

«Основные критерии спектроскопических методов исследования»

1. Основные критерии объединения разнообразных физических методов анализа в единый класс спектроскопических методов.

2. Природа электромагнитного излучения, различные типы его взаимодействия с веществом (периодические изменения электрических и магнитных дипольных моментов).

3. Основные характеристики излучения (частота, длина волны, волновое число).

4. Электронные, колебательные, вращательные, спиновые и ядерные переходы как результат различных типов внутриатомных или внутримолекулярных взаимодействий, определяющих соответствующую спектральную область.

5. Спектры испускания, поглощения и рассеяния атомов, ионов и молекул.

1. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

Практическая работа 11

Тема: «Масс-спектрометрия»

1. Методы ионизации:
 - а) электронный удар;
 - б) фотоионизация;
 - в) электростатическое неоднородное поле;
 - г) химическая ионизация.
2. Принципиальная схема масс-спектрометра Демпстера.
3. Времяпролетный масс-спектрометр.

4. Квадрупольный масс-спектрометр.
5. Спектрометр ион-циклотронного резонанса.
6. Таблицы массовых чисел. Соотношение изотопов.

1. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

2. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

Лабораторная работа 1 (2 часа)

Интерпретация спектров ЯМР комплексов переходных металлов

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

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

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

^1H	CH_3COOH	$\text{CH}_3\text{C}=\text{O}$	C_6H_6	CHCl_3	$\text{H}_2\text{C}=\text{CHCl}$	H_2COOH_2	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	CH_3COOH	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	TMC
^{11}B	$\text{B}(\text{CH}_3)_3$	$\text{C}_6\text{H}_5\text{BCl}_2$	BCl_3	$\text{B}(\text{OCH}_3)_3$	BF_3	BI_3	$\text{Al}(\text{BH}_4)_3$	NaBH_4		
^{13}C	60	40	20	0	-20	-40	-60			
^{14}N	100	50	0	-50	-100	-150	-200	-400		
^{17}O	400	300	200	100	0	-100	-200	-300	-400	
^{19}F	700	600	500	400	300	200	100	0		
^{31}P	500	400	300	200	100	0	-100	-200		

вания в химии», стр. 432-435). На схеме показаны диапазоны наблюдаемых химических сдвигов для некоторых ядер в различных химических соединениях:

Далее необходимо установить, участвуют ли молекулы исследуемых соединений в динамических процессах, которые могут изменить вид спектра и привести к неверным заключениям о структуре соединения. Наличие в спектре линий с необычно большой полушириной (по сравнению с другими линиями или по сравнению со спектрами хорошо исследованных веществ) является одним из свидетельств стереохимической нежесткости молекулы или протекания изомеризационных процессов. В этом случае следует зарегистрировать ряд спектров при последовательном понижении температуры образца вплоть

до получения спектра, соответствующего стереохимически жесткой структуре (НТП спектра), с естественной шириной линий. Этот спектр и подлежит анализу для получения точной информации о статической структуре молекулы. Но даже спектр, содержащий только узкие линии, может быть результатом протекания в системе быстрых динамических процессов. Особенно часто такая ситуация встречается при исследовании координационных соединений, в которых активационные барьеры изомеризации или миграции лигандов относительно невелики, и скорости динамических процессов сопоставимы с характеристическими временами измерений ЯМР на многих ядрах.

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

1. В спектрах первого порядка линии, принадлежащие одному мультиплету, расположены симметрично относительно его центра, который и определяет химический сдвиг соответствующего сигнала.
2. Для спектров первого порядка относительная интегральная интенсивность линий в мультиплете определяется простыми соотношениями треугольника Паскаля.
3. Расстояния между линиями мультиплета, выраженные в герцах, не зависят от несущей частоты спектрометра ЯМР, на котором зарегистрирован данный спектр.
4. Расстояния между центрами мультиплетов (между химическими сдвигами разных сигналов), выраженные в миллионных долях, также не зависят от несущей частоты спектрометра.

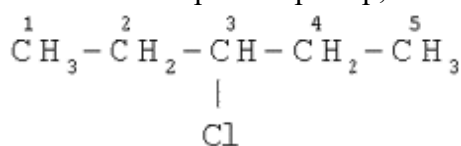
Форма отчета: экспериментальные спектры ЯМР, выводы по соотнесению числа сигналов в спектре, их относительной интенсивности и мультиплетности с предлагаемой структурной моделью молекулы

Лабораторная работа 2 (2 часа)

Расшировка спектров ПМР

Пики на картинке спектра ПМР – это сигналы поглощения энергии внешнего прикладываемого магнитного поля протонами вещества.

Число групп сигналов говорит о том, сколько протонов разных видов в молекуле. Химически эквивалентные протоны (с одинаковым окружением) поглощают энергию в одной области спектра. Например, в спектре ПМР 3-хлорпентана



имеется три набора сигналов от трех групп эквивалентных протонов:

а) $^1\text{CH}_3-$ и $^5-\text{CH}_3$; б) $^2-\text{CH}_2-$ и $^4-\text{CH}_2-$; в) $^3-\text{CHCl}-$.

Химическим сдвигом (δ) называют смещение сигнала спектра на шкале в зависимости от химического окружения протона. Электроноакцепторные атомы и группы атомов вблизи поглощающего протона (через одну-две химические связи) сдвигают поглощение в область слабого поля (большие значения δ). В качестве эталона, относительно которого измеряют химические сдвиги, используют тетраметилсилан $(\text{CH}_3)_4\text{Si}$ (ТМС). Сигналы ПМР исследуемого вещества в спектре проявляются слева от сигнала ТМС.

Значения химических сдвигов выражают в специальных единицах – миллионных долях (м. д.). На шкале химических сдвигов, или δ -шкале, место положения сигнала ТМС принимают за 0 м. д. и обозначают его в правой части шкалы, что показано на рис. 1. Относительно большим значениям величины δ соответствует область слабого магнитного поля, и наоборот, малым значениям этой величины – область сильного магнитного поля.

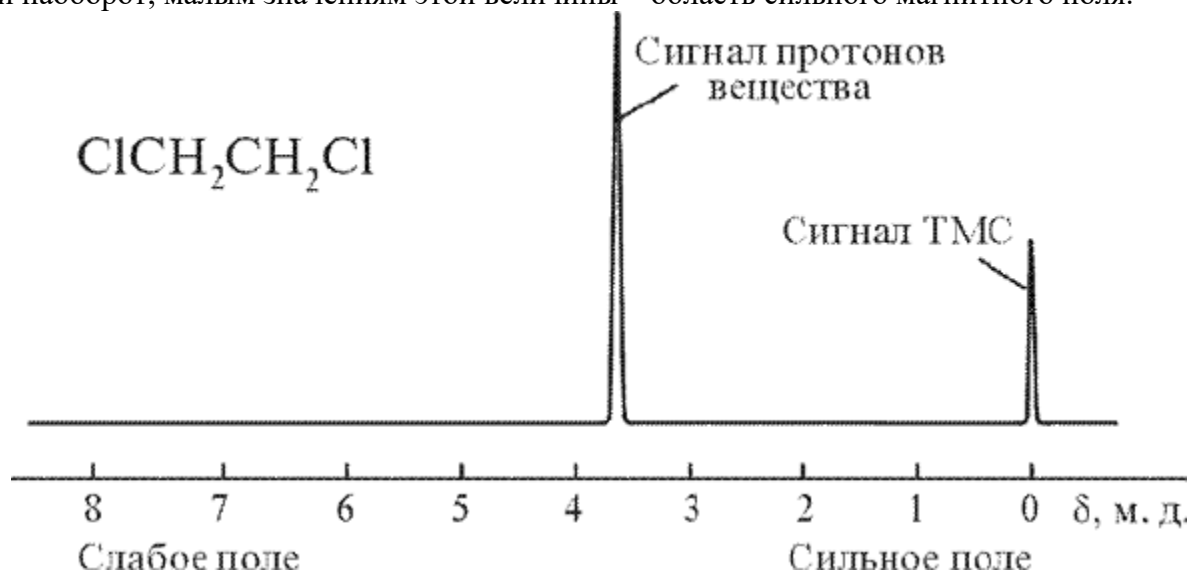


Рис. 1. Спектр ПМР 1,2-дихлорэтана

Площадь пика сигнала (очерченная самописцем) – интенсивность сигнала – показывает относительное содержание протонов каждого вида в молекуле.

Расщепление сигнала на несколько пиков свидетельствует о взаимодействии рассматриваемого протона с другими неэквивалентными протонами (с разным окружением) или некоторыми другими ядрами с нечетными массовыми числами (^{19}F , ^{31}P и др.).

Существуют справочные таблицы, в которых указан диапазон химических сдвигов протонов разных видов. По ним можно определить, в какой области спектра дает сигнал тот или иной протон (табл.).

Вид протона	Химический сдвиг, м. д.	Вид протона	Химический сдвиг, м. д.
$\text{H}-\text{C}-\text{R}$	0,9–1,8	$\text{H}-\text{C}-\text{NR}$	2,2–2,9
$\text{H}-\text{C}-\text{C}=\text{C}$	1,6–2,6	$\text{H}-\text{C}-\text{Cl}$	3,1–4,1
$\text{H}-\text{C}-\text{C}-\text{O}$ O	2,1–2,5	$\text{H}-\text{C}-\text{Br}$	2,7–4,1
$\text{H}-\text{C}\equiv\text{C}-$	2,5	$\text{H}-\text{C}-\text{O}$	3,3–3,7
$\text{H}-\text{C}-\text{Ar}$	2,3–2,8	$\text{H}-\text{NR}$	1–3*
$\text{H}-\text{C}=\text{C}-$	4,5–6,5	$\text{H}-\text{OR}$	0,5–5*
$\text{H}-\text{Ar}$	6,5–8,5	$\text{H}-\text{OAr}$	6–8*
$\text{H}-\text{C}-\text{O}$ O	9–10	$\text{H}-\text{O}-\text{C}-\text{O}$ O	10–13*

*Химические сдвиги протонов, соединенных с азотом и кислородом, зависят от температуры и концентрации раствора.

Часто в спектрах ПМР сигнал от эквивалентных протонов проявляется не отдельным пиком (синглет), а их набором. Сигнал может расщепляться на два (дублет), три (триплет), четыре (квартет) и большее число пиков. Подобное расщепление сигналов обусловлено взаимодействием неэквивалентных ядер водорода (протонов). Это спин-спиновое взаимодействие, которое осуществляется через электроны химических связей, соединяющих ядра атомов.

Число пиков, на которые расщепляется сигнал от эквивалентных протонов, называют мультиплетностью. В простых случаях пользуются правилом: мультиплетность сигнала от эквивалентных протонов равна $n + 1$, где n – число протонов, находящихся при соседних атомах углерода. Такие протоны вида $\text{H}-\text{C}-\text{C}-\text{H}$, разделенные тремя связями, называют вицинальными протонами. По мультиплетности сигнала можно судить о числе протонов, вицинальных по отношению к протонам, ответственным за конкретный сигнал.

Пример 1. 1,1,2-Трихлорэтан $\text{Cl}_2\text{CH}-\text{CH}_2\text{Cl}$ содержит два типа протонов – метиленовые (в группе $-\text{CH}_2\text{Cl}$) и метиновый (в группе $-\text{CHCl}_2$), которые характеризуются в спектре двумя сигналами: $d(\text{CH}_2\text{Cl}) = 3,5$ м. д. и $d(\text{CHCl}_2) = 5,5$ м. д., как показано на рис. 2. Сигнал от $-\text{CH}_2\text{Cl}$ имеет два пика (дублет), сигнал от $-\text{CHCl}_2$ – три пика (триплет). Воспользуемся правилом: мультиплетность сигнала равна $n + 1$, где n – число вицинальных протонов.

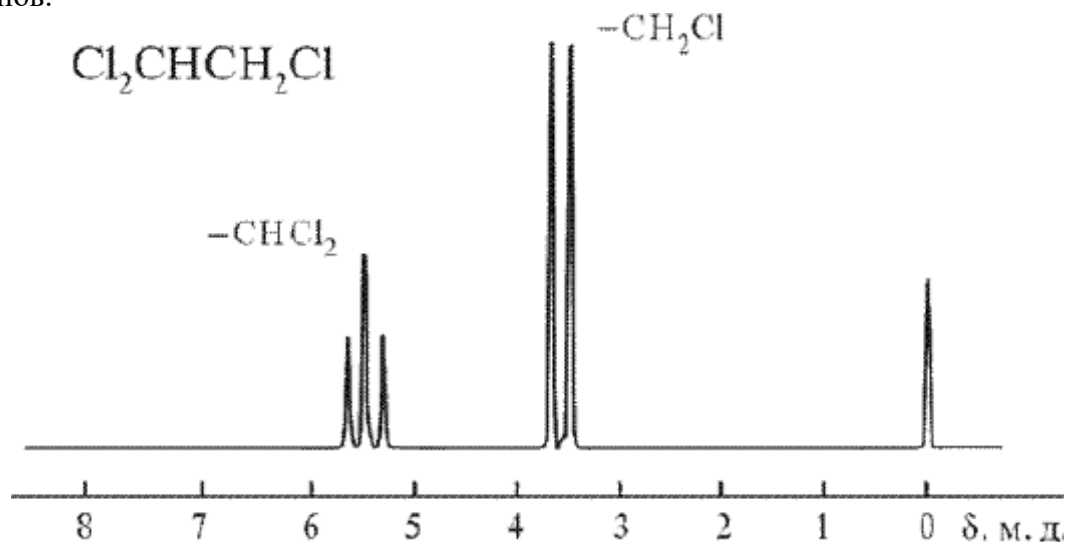


Рис. 2. Спектр ПМР 1,1,2-трихлорэтана

Пример 2. На рис. 3 приведен спектр ПМР 1,1-дихлорэтана. Метильные протоны в спектре характеризуются дублетом с центром при $d=2,0$ м. д., метиновый протон дает квартет с центром при $d=5,9$ м. д.

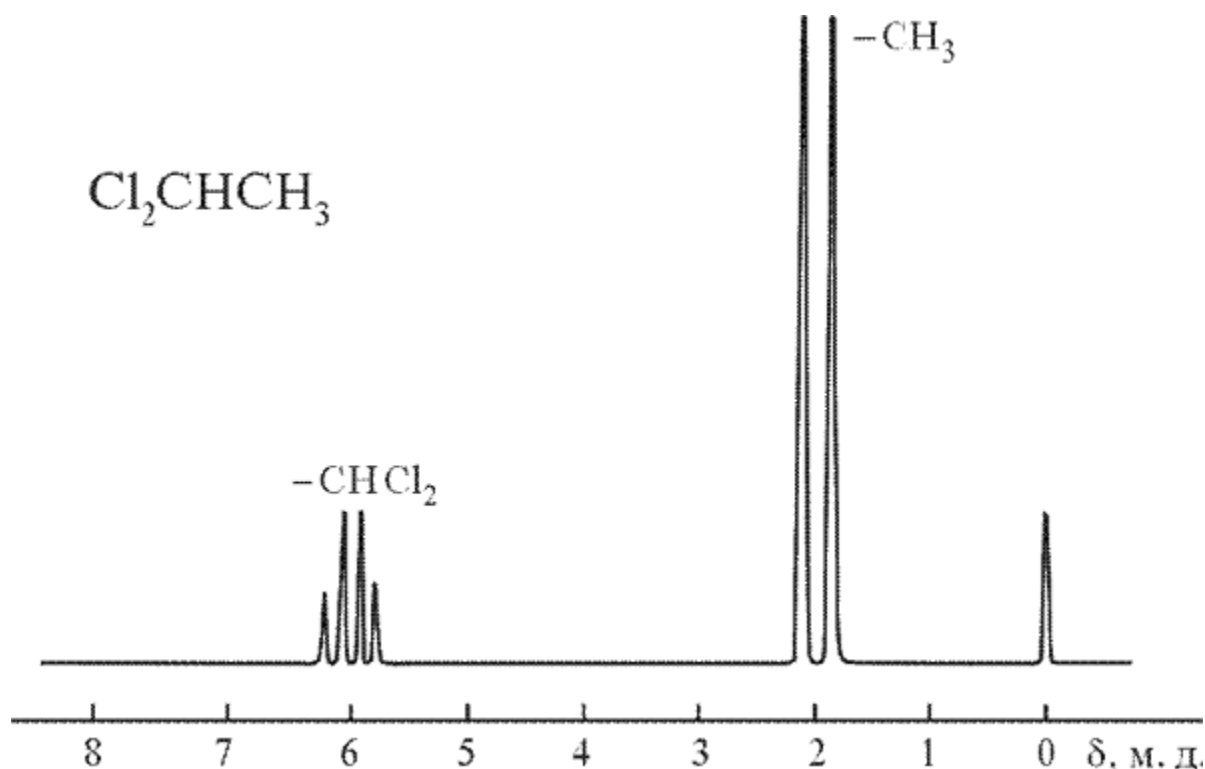


Рис. 3. Спектр ПМР 1,1-дихлорэтана

Важной особенностью спин-спинового взаимодействия является то, что протоны с одинаковым химическим сдвигом (эквивалентные протоны) не расщепляют сигналы друг от друга, что подтверждается следующими примерами.

Пример 3. В 1,2-дихлорэтane $\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$ все протоны эквивалентны, в спектре будет один сигнал в виде синглета. Значение химического сдвига $d(\text{CH}_2\text{Cl})=3,69$ м. д. (см. рис. 1).

Пример 4. Вещество 2,3-диметилбутан $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}(\text{CH}_3)_2$ состоит из двух изопропильных групп. Сигналы эквивалентных протонов четырех CH_3 -групп расщепляются протонами метиновых групп в дублет. В свою очередь сигнал метинового протона расщепляется шестью вицинальными протонами метильных групп в гептет (рис. 4).

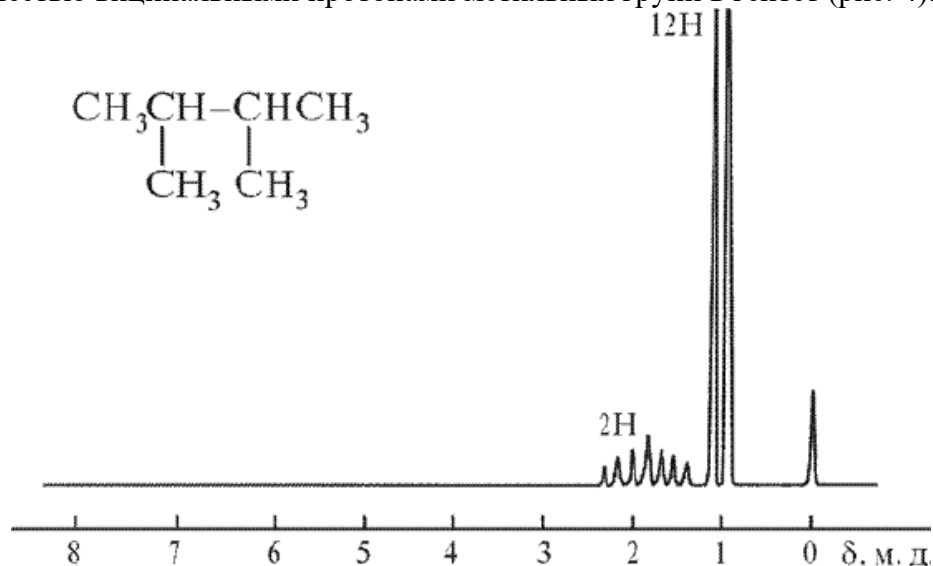


Рис. 4. Спектр ПМР 2,3-диметилбутана

С помощью спектров ПМР можно различать изомеры веществ (имеющих одинаковую молекулярную формулу). Например, спектры изомеров 1,1-дихлорэтана (см. рис. 3) и 1,2-дихлорэтана (см. рис. 1) совершенно различны.

Пример 5. Спектр вещества состава $\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}_3$, принадлежащий 1,1,2-трихлорэтану (см. рис. 2), содержит два сигнала: $d(\text{CH}_2\text{Cl})=3,5$ м. д. (дублет) и $d(\text{CHCl}_2)=5,5$ м. д. (три-

плет). Спектр изомерного ему 1,1,1-трихлорэтана содержит один синглет от эквивалентных протонов метильной группы $\delta(\text{CH}_3)=2,7$ м. д.

Итак, спектры ПМР предоставляют весьма наглядные и информативные сведения о составе и строении вещества. Они универсальны – применимы ко всем классам органических соединений. Научиться разбираться в спектрах не так уж сложно, а их разгадывание увлекательней раскладывания пасьянса. Вот типичные задачи с использованием спектроскопии ПМР.

- Задача 1. Идентифицируйте следующие спирты по их спектрам ПМР:
а) соединение А – $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{O}$ (рис. 5) и соединение Б – $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{BrO}$ (рис. 6).

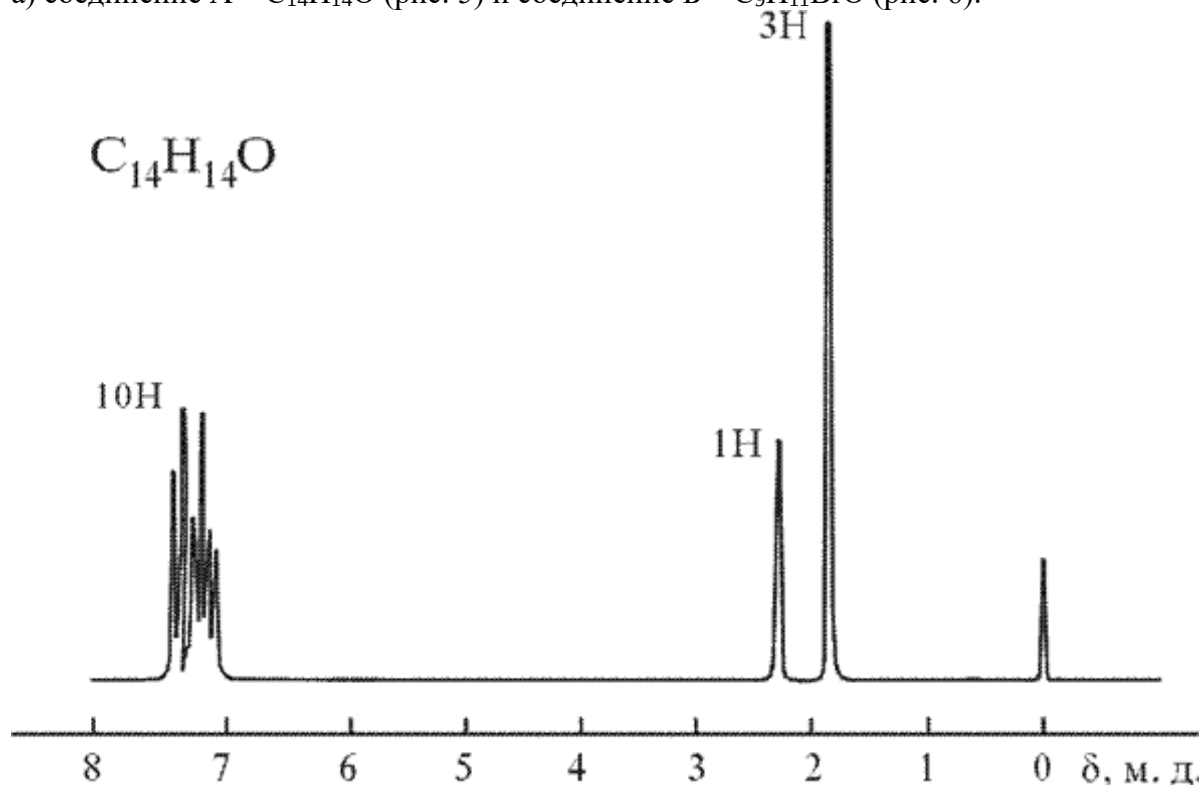


Рис. 5. Спектр ПМР соединения А ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{O}$)

Решение

а) Ключ к решению дает сигнал с химическим сдвигом ароматических протонов $\delta = 7,2-7,4$ м. д. интенсивностью, отвечающей 10 Н (см. рис. 5). За этот сигнал в спектре ответственны две фенильные группы C_6H_5 , содержащиеся в одной молекуле вещества А. Синглет при $\delta=2,27$ м. д. обусловлен протоном гидроксильной группы, причем другими заместителями при спиртовом углероде служат группы C_6H_5 (две) и CH_3 (сигнал с центром при $\delta=1,89$ м. д., синглет, 3 Н). Искомое вещество А – 1,1-дифенилэтанол-1 ($(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{CCH}_3\text{OH}$)

б) Вещество Б содержит дизамещенное бензольное кольцо, о чем свидетельствует сигнал $\delta = 6,90-7,45$ м. д. (квартет, 4 Н).

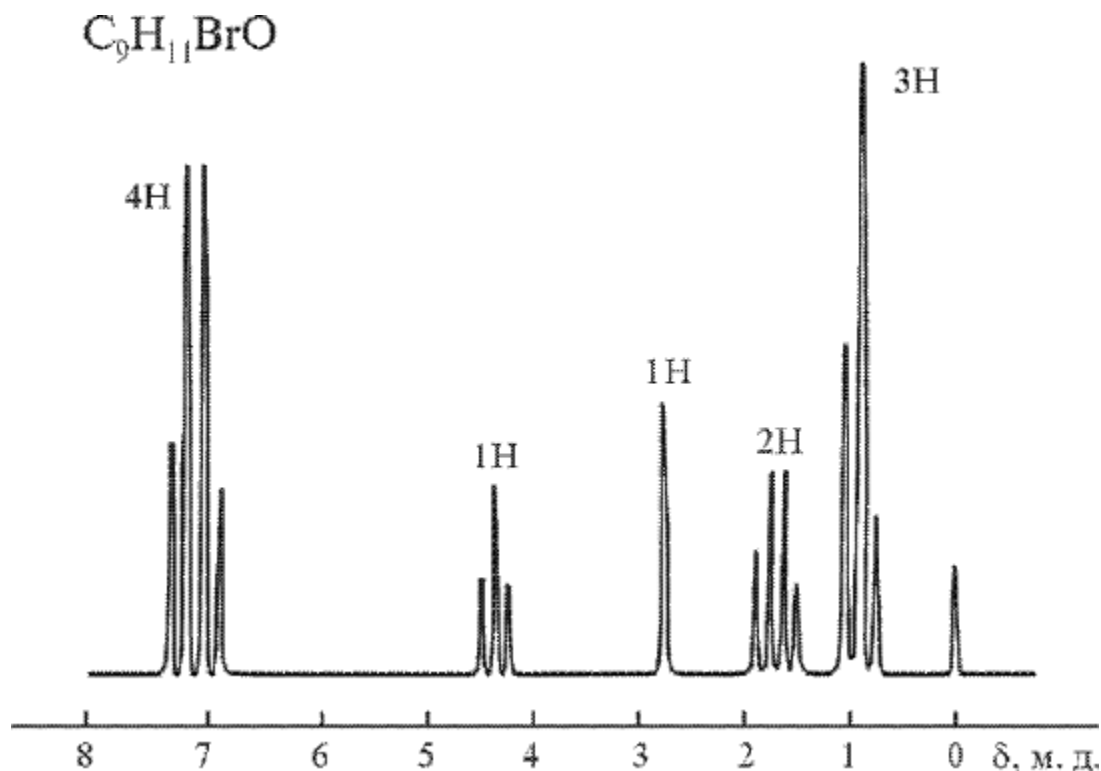
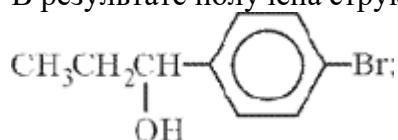


Рис. 6. Спектр ПМР соединения Б ($C_9H_{11}BrO$)

Химические сдвиги $\delta=0,82$ м. д. (триплет, 3 Н) и $\delta=1,60$ м. д. (квартет, 2 Н), интенсивность этих сигналов определяют этильную группу CH_3CH_2 . Сигнал при $\delta=2,75$ м. д. (синглет, 1 Н) соответствует гидроксильному протону ОН; сигнал при $\delta=4,40$ м. д. (триплет, 1 Н) принадлежит метиновому протону, соседствующему с метиленовой группой ($CHCH_2$). Причем появление сигнала в слабом поле свидетельствует о связи СН с гидроксильной группой.

Остается определить положение атома брома в бензольном кольце. Известно, что сигнал в виде симметричного квартета (4 Н) характерен для *p*-замещенного бензольного кольца.

В результате получена структурная формула



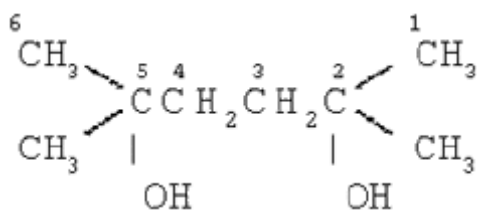
искомое вещество называется 1-(4'-бромфенил)пропанол-1.

• Задача 2. Диол $C_8H_{18}O_2$ не реагирует с периодной кислотой, его спектр ПМР содержит три синглета при (м. д.) $\delta=1,2$ (12 Н), $\delta=1,6$ (4 Н) и $\delta=2,0$ (2 Н). Какое строение имеет диол?

Решение

Если диол не реагирует с периодной кислотой, значит, атомы углерода, несущие гидроксильные группы, разделены хотя бы одной метиленовой группой. Проявление всех сигналов в виде синглетов говорит о том, что в углеродной цепи протонсодержащие атомы углерода чередуются с апротонными углеродами.

Сигнал при $\delta=1,2$ (12 Н) происходит от протонов четырех эквивалентных краевых CH_3 -групп; сигнал при $\delta=2,0$ (2 Н) – от двух гидроксильных протонов диола; сигнал при $\delta=1,6$ (4 Н) – от двух эквивалентных метиленовых групп (при этом отсутствует расщепление сигнала на соседних протонах!). Заданное вещество имеет строение



и называется 2,5-диметилгександиол-2,5.

Лабораторная работа 3-5 (6 часов)

Расчет основных параметров спектров ЭПР магнитно-разбавленных комплексов никеля: 1) с аксиальной симметрией 2) с ромбической симметрией

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

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

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

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

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

Порядок выполнения работы

Алгоритм расчета основных параметров спектров ЭПР

1. Измеряют длину спектра (d в мм).

Например, $d = 233.8$ мм.

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

Например, $G = 600$ Гс.

3. Вычисляют масштаб M .

$M = 600/233.8 = 2.566$ Гс/мм.

4. Вычисляют константы СТС.

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

б) Константы СТС рассчитывают по формуле:

$$A_{\text{СТС}} = \frac{r \cdot M}{n - 1},$$

где n – количество компонент СТС.

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

1. Вычисляют g -факторов.

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

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

б) На экспериментальном спектре отмечают точку ДФПГ.

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

г) Рассчитывают значение напряженности в точке ДФПГ, исходя из условия резонанса $h\nu = g\beta H$.

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

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

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

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

е) Вычисляют значения g -факторов:

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

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

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

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

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

Сравнивают полученные данные и делают вывод о симметрии.

Если $g_x = g_y \neq g_z$ ($g \neq g_{\parallel}$) - аксиальная симметрия.

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

Значения констант СТС соотносятся аналогичным образом.

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

Лабораторная работа 6 (2 часа)

Дифракция. Расшифровка рентгенограмм

Цель работы: изучить основные этапы расшифровки рентгенограмм.

В процессе расшифровки рентгенограмм можно выделить шесть основных этапов:

- 1) первичная обработка рентгенограммы;
- 2) идентификация вещества;
- 3) определение сингонии кристалла и индицирование рентгенограммы;
- 4) расчет и уточнение параметров элементарной ячейки;
- 5) проверка правильности расчетов;
- 6) определение типа решетки Бравэ.

В общем случае метод позволяет определить сингонию кристаллической решетки соединения и параметры его элементарной ячейки. Кроме того, возможна постановка специальных задач: определение типа ячейки Бравэ, числа формульных единиц в элементарной ячейке, размеров кристаллитов и т. д. Однако успех решения как общих, так и специальных задач весьма существенно зависит от того, к какой сингонии принадлежат кристаллы и насколько много нам уже известно об их строении. При изучении строения наиболее простыми и однозначными являются случаи кристаллических веществ, принадлежащих к кубической сингонии, поэтому они выбраны нами в дальнейшем в качестве примера.

Первичная обработка рентгенограммы

Запись рентгенограмм проводится на автоматическом дифрактометре ДРОН (дифрактометр рентгеновский общего назначения). Для точного ($\pm 0.05^\circ$) определения положения максимума дифракции необходимо приложить метрическую линейку к рентгенограмме и измерить расстояние от вершины пика до ближайшей справа вертикальной линии координатной сетки, с которой совпадает штрих отметчика углов. Полученное расстояние, выраженное в миллиметрах, соответствует десятым и сотым долям в значении дифракционного угла. В методе порошка в качестве интенсивности максимумов дифракции принимают их высоту. Для ее определения необходимо измерить расстояние от линии, соединяющей начало и окончание пика (линия фона), до его вершины. Измерения достаточно проводить с точностью ± 5 мм. Полученные значения углов дифракционных максимумов ($2\theta^\circ$) и их высоты (в сантиметрах) следует свести в таблицу

Каждый из таких дифракционных максимумов соответствует отражению от того или иного семейства узловых плоскостей, характеризующихся своим набором индексов Миллера (hkl) и межслоевым расстоянием (d).

Положение максимума на рентгенограмме (значение угла 2θ) и значение межслоевого расстояния (dэксп) задается формулой Вульфа-Брэгга.

Следующий этап – расчет интенсивности дифракционных максимумов (колонка 5). Для этого высоту самого интенсивного рефлекса принимают за 100%, высоты всех остальных (в %) рассчитывают методом пропорции.

Идентификация веществ

Идентификация кристаллических веществ с помощью метода рентгенографии основана на том, что индивидуальность кристаллической структуры соединения обуславливает индивидуальный вид его рентгенограммы. Определенное число дифракционных максимумов отражения и их фиксированное положение на рентгенограмме соответствует набору межплоскостных расстояний. Этот набор является физической характеристикой кристаллического вещества. Интенсивность дифракционных максимумов зависит от многих характеристик поликристаллического образца (текстура и т.п.) и является вторичным. Практически нет соединений, рентгенограммы которых совпадали бы полностью. Наиболее часто приходится решать следующие задачи:

- а) определение вида фазы (более общая и сложная задача);
- б) выяснение соответствия ожидаемой фазы с наблюдаемой на рентгенограмме.

В настоящее время подобные задачи, как правило, решают с помощью картотеки рентгенограмм JCPDS, составленной и постоянно пополняемой Международным центром дифракционных данных. Каждому веществу в этой картотеке присвоен номер формата [**-****] (например, 12-3456), где первое число – это номер раздела, второе – непосредственный номер вещества в разделе. На индивидуальную карточку каждого вещества заносится его рентгенограмма (значения межплоскостных расстояний, отвечающих рефлексам, их интенсивность и соответствующие им индексы Миллера), библиографическое описание источника данной информации, цвет вещества, параметры элементарной ячейки и т.д. На базе этой картотеки составлены указатели для поиска рентгенограммы вещества по его химической формуле, идентификации вещества по наиболее интенсивным линиям на его рентгенограмме и некоторые другие. В большинстве современных лабораторий имеется компьютерный вариант данной картотеки PDF (Powder Diffraction File), снабженной возможностью автоматического поиска.

Уменьшение значений межплоскостных расстояний

Дифракционные максимумы отражения выстроены в порядке уменьшения значения межплоскостного расстояния, что позволяет быстро проводить идентификацию индивидуальных соединений. Для этого необходимо выбрать один из наиболее интенсивных дифракционных максимумов на рентгенограмме анализируемого вещества и найти строку соответствующего ей значения (d) и интенсивностей всех остальных линий. При этом

надо учитывать погрешность определения d и существенную зависимость интенсивности рефлексов от условия записи рентгенограммы.

Индицирование рентгенограммы кристалла кубической сингонии

Индицирование рентгенограммы – это процедура присвоения дифракционным максимумам индексов Миллера (hkl). В зависимости от того, сколь велик объем информации о структуре исследуемого вещества, можно выделить несколько приемов индицирования.

Наименее определенным является случай, когда о структуре кристалла нет никакой информации. Рассмотрим последовательность действий в этой ситуации. Вначале «проверяем» кристалл на принадлежность к высшей по симметрии сингонии – кубической, поскольку ячейка Бравэ содержит только один геометрический параметр a из шести ($a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$). Наиболее простым является графический способ, хотя данную операцию можно провести и аналитически.

Определение типа решетки Бравэ.

Кристаллы кубической сингонии могут иметь примитивную, гранецентрированную и объемцентрированную элементарную ячейку. Для определения типа ячейки Бравэ исследуемого кристалла необходимо проанализировать полученные при индицировании значения (hkl).

6 ДИДАКТИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ(САМОКОНТРОЛЯ) УСВОЕННОГО МАТЕРИАЛА

6.1 Оценочные средства, показатели и критерии оценивания компетенций

Индекс компетенции	Оценочное средство	Показатели оценивания	Критерии оценивания сформированности компетенций
ОПК-1 ПК-1 ПК-2 ПК-5	Отчет по лабораторной работе	Низкий – неудовлетворительно	ставится, если допущены существенные ошибки (в ходе эксперимента, в объяснении, в оформлении работы, по технике безопасности, в работе с веществами и приборами), которые не исправляются даже по указанию преподавателя.
		Пороговый – удовлетворительно	ставится, если допущены одна-две существенные ошибки (в ходе эксперимента, в объяснении, в оформлении работы, по технике безопасности, в работе с веществами и приборами), которые исправляются с помощью преподавателя.
		Базовый – хорошо	а) работа выполнена правильно, без существенных ошибок, сделаны выводы; б) допустимы: неполнота проведения или оформления эксперимента, одна-две несущественные ошибки в проведении или оформлении эксперимента, в правилах работы с веществами и приборами

		Высокий – отлично	а) работа выполнена полно, правильно, без существенных ошибок, сделаны выводы; б) эксперимент осуществлен по плану с учетом техники безопасности и правил работы с веществами и приборами; в) имеются организационные навыки (поддерживается чистота рабочего места и порядок на столе, экономно используются реактивы).
	Контрольная работа	Низкий – неудовлетворительно	допустил число ошибок и недочетов превосходящее норму, при которой может быть выставлена оценка «3»
		Пороговый – удовлетворительно	если студент правильно выполнил не менее половины работы или допустил: не более двух грубых ошибок; или не более одной грубой и одной негрубой ошибки и одного недочета; или не более двух-трех негрубых ошибок; или одной негрубой ошибки и трех недочетов; или при отсутствии ошибок, но при наличии четырех-пяти недочетов.
		Базовый – хорошо	студент выполнил работу полностью, но допустил в ней: не более одной негрубой ошибки и одного недочета или не более двух недочетов
		Высокий – отлично	работа выполнена без ошибок, указаны все расчетные формулы, единицы измерения, без ошибок выполнены математические расчеты
	Тест	Низкий – неудовлетворительно	Количество правильных ответов на вопросы теста менее 60 %
		Пороговый – удовлетворительно	Количество правильных ответов на вопросы теста от 61-75 %
		Базовый – хорошо	Количество правильных ответов на вопросы теста от 76-84 %
		Высокий – отлично	Количество правильных ответов на вопросы теста от 85-100 %
		Низкий – неудовлетворительно	Количество правильных ответов на вопросы теста менее 60 %
	Учебные задачи	Низкий – неудовлетворительно	допустил число ошибок и недочетов превосходящее норму, при которой может быть выставлена оценка «3»
		Пороговый – удовлетворительно	студент правильно выполнил не менее половины работы или допустил: не более двух грубых ошибок; или не более одной грубой и одной негрубой ошибки и одного недочета; или не более двух-трех негрубых ошибок; или одной

			негрубой ошибки и трех недочетов; или при отсутствии ошибок, но при наличии четырех-пяти недочетов.
		Базовый –хорошо	студент выполнил работу полностью, но допустил в ней: не более одной негрубой ошибки и одного недочета или не более двух недочетов
		Высокий –отлично	работа выполнена без ошибок, указаны все расчетные формулы, единицы измерения, без ошибок выполнены математические расчеты

6.2 Промежуточная аттестация студентов по дисциплине

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

Для оценивания результатов освоения дисциплины применяется следующие критерии оценивания.

Критерии оценивания устного ответа на экзамене

Оценка «5» (отлично) ставится, если студент:

1. полно раскрыто содержание материала билета;
2. материал изложен грамотно, в определенной логической последовательности, точно используется терминология;
3. показано умение иллюстрировать теоретические положения конкретными примерами, применять их в новой ситуации;
4. продемонстрировано усвоение ранее изученных сопутствующих вопросов, сформированность и устойчивость компетенций, умений и навыков;
5. ответ прозвучал самостоятельно, без наводящих вопросов;
6. допущены одна – две неточности при освещении второстепенных вопросов, которые исправляются по замечанию.
7. правильно решена расчетная задача.

Оценка «4» (хорошо) ставится, если:

ответ студента удовлетворяет в основном требованиям на оценку «5», но при этом имеет один из недостатков:

1. в изложении допущены небольшие пробелы, не исказившие содержание ответа;
2. допущены один – два недочета при освещении основного содержания ответа, исправленные по замечанию экзаменатора;
3. допущены ошибка или более двух недочетов при освещении второстепенных вопросов, которые легко исправляются по замечанию экзаменатора.
4. в расчетной задаче допущена ошибка.

Оценка «3» (удовлетворительно) ставится, если:

1. неполно или непоследовательно раскрыто содержание материала, но показано общее понимание вопроса и продемонстрированы умения, достаточные для дальнейшего усвоения материала;
2. имелись затруднения или допущены ошибки в определении понятий, использовании терминологии, исправленные после нескольких наводящих вопросов;
3. при неполном знании теоретического материала выявлена недостаточная сформированность компетенций, умений и навыков, студент не может применить теорию в новой ситуации.
4. решение расчетной задачи вызывает затруднения.

Оценка «2» (неудовлетворительно) ставится, если:

1. не раскрыто основное содержание учебного материала;
2. обнаружено незнание или непонимание большей или наиболее важной части учебного материала;
3. допущены ошибки в определении понятий, при использовании терминологии, которые не исправлены после нескольких наводящих вопросов.
4. не сформированы компетенции, умения и навыки.
5. расчетная задача не решена.

ВОПРОСЫ К ЭКЗАМЕНУ

1. Значение физических методов для теоретической химии. Основные методы исследования: их современный уровень и перспективы развития.
2. Основные геометрические характеристики молекулы: межъядерное расстояние, валентные углы, углы внутреннего вращения.
3. Закономерность изменения межъядерных расстояний по группам и периодам. Зависимость длин связей от кратности, вида и типа связи. Уравнение Полинга.
4. Закономерность изменения валентных углов по группам, причины этих изменений.
5. Закономерности изменения в углах внутреннего вращения. Конформация: понятие, обозначение.
6. Возможные конформации для молекул этана, дихлорэтана, циклогексана. Устойчивость конформаций.
7. Элементы симметрии: ось симметрии, зеркально-поворотная ось, плоскость симметрии, центр симметрии. Примеры.
8. Классификация молекул по симметрии: основные группы симметрии. Система Германа-Могена, система Шёнфлиса. Примеры.
9. Теория групп. Понятие группы. Примеры.
10. Электрические свойства молекул. Постоянный дипольный момент.
11. Электрические свойства молекул. Индуцированный дипольный момент. Поляризуемость, сверхполяризуемость.
12. Электрические свойства молекул. Определение дипольных моментов. Уравнение Ланжевена-Дебая.
13. Магнитные свойства молекулы. Магнитный момент. Магнитная восприимчивость.
14. Магнитные свойства молекулы. Плотность магнитного потока.
15. Магнитные свойства молекулы. Основные разновидности магнетизма. Диамагнетизм и парамагнетизм.
16. Магнитные свойства молекулы. Ферромагнетизм и антиферромагнетизм.
17. Методы масс-спектрометрии. Сущность метода. Основные принципы строения масс-спектрометров.
18. Понятия «молекулярный ион», «осколочные ионы», «перегруппировочные ионы», «метастабильные ионы», механизмы их образования. Различные виды ионизации.
19. Методы магнитного резонанса. Метод ЭПР. Сущность явления ЭПР. Устройство электроспектрометра. Практическое применение метода.
20. Спектры ЭПР, их основные параметры, g-фактор и константа СТС.
21. Природа сверхтонкой (СТС) и дополнительной сверхтонкой структуры (ДСТС).
22. Эмпирическое правило аддитивности.
23. Анизотропные и изотропные спектры ЭПР и их параметры.
24. Методы магнитного резонанса. Метод ЯМР. Сущность явления ЯМР. Устройство ЯМР-спектрометра. Релаксационные процессы. Применение метода.
25. Ядерный спин ядра. Квадрупольный момент ядра.
26. Понятие «химический сдвиг». Константа экранирования. Стандарты в ЯМР.
27. Дифракционные методы. Общие особенности дифракции.
28. Дифракционные методы. Условие Вульфа-Брэгга.

29. Дифракция рентгеновских лучей. Метод Лауэ.
30. Дифракция рентгеновских лучей. Метод порошка. Метод вращения и качания.
31. Дифракция рентгеновских лучей. Метод рентгенгонометра (Вайссенберга). Четырёх-
кружный дифрактометр.
32. Дифракция нейтронов.
33. Дифракция электронов.
34. Молекулярная спектроскопия. Общие особенности спектров. Интенсивность спек-
тральных линий.
35. Особенности энергетических переходов. Вращательные переходы. Чисто вращатель-
ные спектры.
36. Особенности энергетических переходов. Вращательные переходы. Вращательные
спектры.
37. Особенности энергетических переходов. Колебательные и электронные переходы.
Колебательно-вращательные спектры.
38. Ширина линий, механизм Доплера.
39. Метод Мёссбауэровской спектроскопии. Общая характеристика и основы метода. Эф-
фект Мёссбауэра.
40. Метод Мёссбауэровской спектроскопии. Принципиальная схема спектрометра. Ти-
пы взаимодействий атомного ядра с внеядерными полями.
41. Газовая электронография.
42. Методы исследования оптически активных веществ.

6.3 ОЦЕНОЧНЫЕ СРЕДСТВА ДЛЯ ПРОВЕРКИ УРОВНЯ СФОРМИРОВА- НОСТИ КОМПЕТЕНЦИЙ, ОПК-1, ПК-1, ПК-2, ПК-5

Тесты содержат следующие типы заданий

Тип задания	№ зада- ния	Вес зада- ния (балл)	Результат оценивания (баллы, получен- ные за выполнение задания / характери- стика правильности ответа)
задания закрытого типа с выбором од- ного правильного (1 из 4)	1, 2, 3	1 балл	1 б - полное правильное соответствие; 0 б - остальные случаи
задания закрытого типа с выбором не- скольких правильных ответов (3 из 6)	4, 5, 6, 7	2 балла	2 б – полное правильное соответствие (по- следовательность вариантов ответа может быть любой); 1 б – если допущена одна ошибка / ответ правильный, но не полный; 0 б – остальные случаи
задания закрытого типа на установление соответствия (4 на 4)	8, 9	2 балла	2 б – полное правильное соответствие; 1 б – если допущена одна ошибка / ответ пра- вильный, но не полный; 0 б – остальные случаи
задание закрытого типа на установление последовательности	10, 11	2 балла	2 б – полное правильное соответствие; 1 б – если допущена одна ошибка / ответ пра- вильный, но не полный; 0 б – остальные случаи
задания открытого типа с кратким отве- том	12, 13	3 балла	3 б – полное правильное соответствие; 0 б – остальные случаи.
задания открытого типа с развернутым	14, 15	5 баллов	5 б – полное правильное соответствие; если допущена одна ошибка/неточность / ответ

ответом			правильный, но не полный - 3 балла; если допущено более одной ошибки / ответ неправильный / ответ отсутствует – 0 баллов
---------	--	--	--

Формируемая компетенция	Индикаторы сформированности компетенции
ОПК-1. Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений, индикаторами достижения которой являются	- ОПК-1.1 Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов. - ОПК-1.2 Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии. - ОПК-1.3 Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.

Задание 1. Что из перечисленного относится к характеристикам метода, определяющим его применимость для анализа конкретного вещества?

1. Энергетические характеристики
2. Чувствительность и разрешающая способность
3. Характеристическое время
4. Все перечисленные

Ответ: 4

Задание 2. Какие параметры определяют геометрию молекулы?

1. Межъядерные расстояния
2. Валентные углы
3. Углы внутреннего вращения
4. Все перечисленные

Ответ: 4

Задание 3. Какой метод позволяет определить дипольный момент молекул в газовой фазе?

1. Второй метод Дебая
2. Метод молекулярных пучков
3. Первый метод Дебая
4. Метод электрического резонанса

Ответ: 3

Задание 4. Какие из перечисленных методов относятся к спектроскопическим? (Выберите 3 правильных ответа)

1. ИК-спектроскопия
2. ЯМР
3. Газовая электронография
4. ЭПР

5. Масс-спектрометрия
 6. Дифракция нейтронов
- Ответ: 1, 2, 4

Задание 5. Какие параметры могут быть определены с помощью микроволновой спектроскопии?

1. Дипольный момент
 2. Межъядерные расстояния
 3. Валентные углы
 4. Константы спин-спинового взаимодействия
 5. Химический сдвиг
 6. Энергия ионизации
- Ответ: 1, 2, 3

Задание 6. Какие из перечисленных методов используются для определения симметрии молекул?

1. Теория групп
 2. ИК-спектроскопия
 3. ЯМР
 4. КР-спектроскопия
 5. Масс-спектрометрия
 6. ЭПР
- Ответ: 1, 2, 4

Задание 7. Какие из перечисленных методов основаны на взаимодействии вещества с электромагнитным излучением?

1. ИК-спектроскопия
 2. ЯМР
 3. ЭПР
 4. Газовая электронография
 5. Масс-спектрометрия
 6. Потенциометрия
- Ответ: 1, 2, 3

Задание 8. Установите соответствие между методом и его применением:

ИК-спектроскопия : Определение функциональных групп
ЯМР : Определение структуры молекул
Масс-спектрометрия : Определение молекулярной массы
ЭПР : Изучение парамагнитных центров

Задание 9. Установите соответствие между методом и типом исследуемых образцов:

Газовая электронография : Газы
ИК-спектроскопия : Твердые вещества, жидкости, газы
ЯМР : Жидкости, растворы
РСА : Кристаллы

Задание 10. Расположите в правильном порядке этапы анализа спектра ЯМР:

- 1 : Проверка на наличие примесей
- 2 : Проверка на наличие динамических процессов
- 3 : Соотнесение сигналов со структурной моделью
- 4 : Разделение химических сдвигов и констант спин-спинового взаимодействия

Задание 11. Расположите методы в порядке увеличения энергии квантов, используемых в них:

- 1 : ЯМР
- 2 : ИК-спектроскопия
- 3 : УФ-спектроскопия
- 4 : РСА

Задание 12. Как называется параметр, характеризующий смещение сигнала в спектрах ЯМР?

Ответ: Химический сдвиг

Задание 13. Как называется характеристика, определяющая число компонент в мультиплете ЭПР?

Ответ: Константа СТС

Задание 14. Опишите, как можно использовать данные ИК-спектроскопии для идентификации функциональных групп в органических соединениях.

Ответ: По положению полос поглощения, соответствующих валентным и деформационным колебаниям связей.

Задание 15. Объясните, как по спектру ПМР определить число типов протонов в молекуле.

Ответ: По числу сигналов в спектре, их химическим сдвигам и мультиплетности.

Формируемая компетенция	Индикаторы сформированности компетенции
ПК-1. Способен владеть системой фундаментальных химических понятий и законов, индикаторами достижения которой являются	ПК-1.1 Понимает основные принципы, законы, методологию изучаемых химических дисциплин, теоретические основы физических и физико-химических методов исследования; ПК-1.2 Использует фундаментальные химические понятия в своей профессиональной деятельности; ПК-1.3 Интерпретирует полученные результаты, используя базовые понятия химических дисциплин.

Задание 1. Какое условие лежит в основе явления дифракции рентгеновских лучей на кристалле?

1. Уравнение Дебая.
2. Закон Кюри-Вейса.
3. Условие Вульфа-Брэгга.
4. Эффект Штарка.

Ответ: 3

Задание 2. Что такое «характеристическое время метода»?

1. Время, необходимое для подготовки образца.
2. Время, за которое система возвращается в равновесное состояние после воздействия.
3. Время, затрачиваемое на обработку данных.
4. Время экспозиции при регистрации сигнала.

Ответ: 2

Задание 3. Какое явление лежит в основе метода ЯМР?

1. Поглощение инфракрасного излучения.
2. Рассеяние рентгеновских лучей.
3. Снятие вырождения спиновых состояний ядра в магнитном поле.
4. Ионизация молекул электронным ударом.

Ответ: 3

Задание 4. Какие из перечисленных методов относятся к дифракционным? (Выберите 3 правильных ответа)

1. Рентгеноструктурный анализ
2. ИК-спектроскопия
3. Электронография
4. ЯМР-спектроскопия
5. Нейтронография
6. Масс-спектрометрия

Ответ: 1, 3, 5

Задание 5. Какие из перечисленных методов основаны на резонансных явлениях? (Выберите 3 правильных ответа)

1. ЯМР
2. ЭПР
3. Ультрафиолетовая спектроскопия
4. Мессбауэровская спектроскопия
5. Газовая хроматография
6. Вращательная спектроскопия

Ответ: 1, 2, 4

Задание 6. Какие из перечисленных величин являются основными энергетическими характеристиками электромагнитного излучения?

1. Частота
2. Магнитная индукция
3. Длина волны)
4. Дипольный момент
5. Волновое число
6. Химический сдвиг

Ответ: 1, 3, 5

Задание 7. Какие из перечисленных элементов и операций относятся к симметрии молекул?

1. Ось симметрии
2. Химический сдвиг
3. Плоскость симметрии
4. g-фактор
5. Зеркально-поворотная ось
6. Инверсия

Ответ: 1, 3, 5

Задание 8. Установите соответствие между методом и типом регистрируемого перехода.

ИК-спектроскопия : Колебательные переходы

УФ-спектроскопия : Электронные переходы

ЯМР : Ядерные спиновые переходы

Вращательная спектроскопия : Вращательные переходы

Задание 9. Установите соответствие между типом магнетизма и его описанием.

Диамагнетизм : Все электроны спарены, вещество выталкивается из магнитного поля.

Парамагнетизм : Наличие неспаренных электронов, вещество втягивается в магнитное поле.

Ферромагнетизм : Нескомпенсированное параллельное ориентирование магнитных моментов.

Антиферромагнетизм : Скомпенсированное антипараллельное ориентирование магнитных моментов.

Задание 10. Расположите в правильном порядке этапы проведения качественного ЯМР-эксперимента.

1 : Помещение образца в магнитное поле.

2 : Облучение образца радиочастотным импульсом.

3 : Регистрация сигнала свободной индукции.

4 : Интерпретация спектра (химические сдвиги, спин-спиновое взаимодействие).

Задание 11. Восстановите логическую последовательность при выборе физического метода для решения задачи.

1 : Формулировка задачи

2 : Выбор метода, адекватного задаче и образцу.

3 : Проведение измерений и регистрация данных.

4 : Обработка и интерпретация результатов.

Задание 12. Явление, при котором ядро поглощает γ -квант без отдачи, называется ____ эффект ____.

Ответ: Мессбауэра

Задание 13. Безразмерный параметр в спектроскопии ЭПР, определяющий положение резонансного сигнала, называется ____.

Ответ: g-фактор

Задание 14. Объясните, чем отличается прямая задача в физических методах исследования от обратной.

Ответ: Прямая задача – это расчет наблюдаемых данных (спектров, дифракционных картин) на основе известной модели (структуры, состава). Обратная задача – это определение

неизвестных параметров модели (структуры, динамики) по экспериментально полученным данным.

Задание 15. Объясните физический смысл химического сдвига в ЯМР.

Ответ: Химический сдвиг (δ) – это безразмерная величина, характеризующая сдвиг резонансной частоты ядра относительно стандарта. Он отражает степень экранирования ядра электронной плотностью.

Формируемая компетенция	Индикаторы сформированности компетенции
ПК-2. Способен выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации, индикаторами достижения которой являются	• ПК-2.1 Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР. • ПК-2.3 Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР.

Задание 1. Какой из методов позволяет определить дипольный момент молекулы в растворе?

1. Первый метод Дебая
2. Метод молекулярных пучков
3. Второй метод Дебая
4. Масс-спектрометрия

Ответ: 3

Задание 2. Какой параметр в спектре ЯМР непосредственно указывает на химическое окружение ядра?

1. Константа сверхтонкого взаимодействия (СТС)
2. Химический сдвиг
3. Время спин-решеточной релаксации (T_1)
4. Ширина линии на полувысоте

Ответ: 2

Задание 3. Какой метод следует выбрать для качественного определения функциональных групп в твердом органическом соединении?

1. ЯМР ^{13}C в растворе
2. ИК-спектроскопия в таблетках с KBr
3. ВЭЖХ
4. Газовая электронография

Ответ: 2

Задание 4. Какие три метода можно использовать для исследования магнитных свойств вещества?

1. ЯМР
2. ЭПР
3. ИК-спектроскопия
4. Магнетохимия (измерение магнитной восприимчивости)
5. Рефрактометрия
6. Полярография

Ответ: 1, 2, 4

Задание 5. Какие три характеристики являются общими для описания любого спектрального метода?

1. Химический сдвиг
2. Чувствительность
3. Разрешающая способность
4. Мультиплетность
5. Характеристическое время метода
6. Энергетическая характеристика (диапазон)

Ответ: 2, 3, 6

Задание 6. Какие три этапа включает планирование отдельной стадии исследования по анализу структуры неизвестного соединения?

1. Выбор метода калибровки
2. Подготовка образца, адекватная выбранному методу
3. Проведение синтеза нового соединения
4. Сбор экспериментальных данных
5. Проведение литературного патентного поиска
6. Первичная обработка и интерпретация полученных данных

Ответ: 2, 4, 6

Задание 7. Какие три фактора необходимо учитывать при выборе метода для количественного анализа микропримесей в воде?

1. Цвет образца
2. Чувствительность метода
3. Плотность воды
4. Селективность метода к определяемым ионам/молекулам
5. Скорость анализа
6. Растворимость примесей в органических растворителях

Ответ: 2, 4, 5

Задание 8. Установите соответствие между методом и типом получаемой информации.

Масс-спектрометрия : Молекулярная масса и изотопный состав
ЯМР ^1H : Количество и тип химически неэквивалентных атомов водорода
ИК-спектроскопия : Наличие функциональных групп
РСА : Трехмерная атомная структура кристалла

Задание 9. Установите соответствие между методом и областью электромагнитного спектра, которую он использует.

Микроволновая спектроскопия : А. Микроволны
 ИК-спектроскопия : В. Инфракрасное излучение
 УФ-спектроскопия : С. Ультрафиолетовое излучение
 ЯМР : D. Радиочастотное излучение

Задание 10. Расположите в правильном порядке этапы проведения рентгеноструктурного анализа монокристалла.

- 1 : Отбор и установка монокристалла на дифрактометр
- 2 : Сбор дифракционных данных
- 3 : Определение и уточнение параметров элементарной ячейки
- 4 : Расшифровка и уточнение структуры

Задание 11. Восстановите последовательность операций при подготовке образца для ИК-спектроскопии в таблетках с KBr.

- 1 : Тщательное растирание в агатовой ступне небольшого количества анализируемого вещества
- 2 : Добавление очищенного KBr в ступку и совместное растирание до однородной смеси
- 3 : Прессование таблетки под вакуумом
- 4 : Установка таблетки в держатель и запись спектра

Задание 12. Прибор для измерения углов дифракции рентгеновских лучей на порошкообразном образце называется ____.

Ответ: дифрактометр

Задание 13. Спектроскопический метод, основанный на неупругом рассеянии монохроматического света и регистрации колебаний молекул, называется ____.

Ответ: рамановская спектроскопия

Задание 14. Перечислите методы ионизации в масс-спектрометрии.

Ответ: электронный удар, химическая ионизация, лазерная ионизация, фотоионизация, комбинированные методы.

Задание 15. Объясните, почему для исследования парамагнитных комплексов переходных металлов часто предпочтительнее метод ЭПР, а не ЯМР.

Ответ: Неспаренные электроны в парамагнитных комплексах создают сильные локальные магнитные поля, которые приводят к сильному уширению и смещению сигналов в ЯМР, часто делая спектры неинформативными. ЭПР же напрямую детектирует переходы неспаренных электронов между спиновыми уровнями. Он позволяет определить g-фактор, константы сверхтонкого взаимодействия с магнитными ядрами лигандов, что дает информацию о электронном строении, степени окисления, координационном окружении и симметрии комплекса.

Формируемая компетенция	Индикаторы сформированности компетенции
ПК-5 Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения под руководством специалистов более высокой квали-	• ПК-5.1 Выбирает методы и средства контроля качества, сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения на соответствие требуемой нормативной документации. • ПК-5.2 Выполняет стандартные операции

фикации, индикаторами достижения которой являются	на типовом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического производства.
--	--

Задание 1. Какой метод используется для определения дипольного момента молекул в газовой фазе?

1. Второй метод Дебая
2. Метод молекулярных пучков
3. Первый метод Дебая
4. Метод электрического резонанса

Ответ: 3

Задание 2. Какое условие необходимо для наблюдения эффекта Мёссбауэра?

1. Наличие неоднородного магнитного поля
2. Отсутствие отдачи при испускании γ -кванта
3. Высокая температура образца
4. Наличие парамагнитных центров

Ответ: 2

Задание 3. Какое значение g-фактор характерен для свободного электрона?

1. 1,0
2. 2,0023
3. 2,5
4. 3,0

Ответ: 2

Задание 4. Какие методы используются для контроля качества сырья? (Выберите 3 варианта ответа)

1. ИК-спектроскопия
2. Масс-спектрометрия
3. ЯМР-спектроскопия
4. ЭПР-спектроскопия
5. Рентгеноструктурный анализ
6. КР-спектроскопия

Ответ: 1, 2, 3

Задание 5. Какие методы позволяют определить симметрию молекул? (Выберите 3 варианта ответа)

1. Теория групп
2. ИК-спектроскопия
3. КР-спектроскопия
4. Масс-спектрометрия

5. Рентгеноструктурный анализ
 6. ЭПР-спектроскопия
- Ответ: 1, 2, 3

Задание 6. Какие методы применяются для изучения магнитных свойств веществ? (Выберите 3 варианта ответа)

1. ЭПР-спектроскопия
 2. Магнетохимия
 3. ЯМР-спектроскопия
 4. ИК-спектроскопия
 5. КР-спектроскопия
 6. Масс-спектрометрия
- Ответ: 1, 2, 3

Задание 7. Какие методы используются для анализа неорганических веществ? (Выберите 3 варианта ответа)

1. ИК-спектроскопия
 2. Масс-спектрометрия
 3. ЯМР-спектроскопия
 4. ЭПР-спектроскопия
 5. Рентгеноструктурный анализ
 6. КР-спектроскопия
- Ответ: 1, 2, 5

Задание 8. Установите соответствие между методом и типом излучения:

ИК-спектроскопия : Инфракрасное излучение
УФ-спектроскопия : Ультрафиолетовое излучение
ЯМР-спектроскопия : Радиочастотное излучение
Рентгеноструктурный анализ : Рентгеновское излучение

Задание 9. Установите соответствие между методом и его основным параметром:

ЯМР-спектроскопия : Химический сдвиг
ЭПР-спектроскопия : g-фактор
ИК-спектроскопия : Волновое число
Масс-спектрометрия : Массовое число

Задание 10. Восстановите последовательность этапов проведения ЯМР-эксперимента:

- 1 : Помещение образца в магнитное поле
- 2 : Облучение образца радиочастотным импульсом
- 3 : Регистрация сигнала свободной индукции
- 4 : Обработка данных и интерпретация спектра

Задание 11. Восстановите последовательность этапов масс-спектрометрического анализа:

- 1 : Ионизация образца
- 2 : Разделение ионов по массе
- 3 : Детектирование ионов
- 4 : Обработка масс-спектра

Задание 12. Метод, используемый для определения геометрии молекул в газовой фазе, называется ____.

Ответ: газовая электронография

Задание 13. Спектроскопический метод, применяемый для изучения парамагнитных центров, называется ____.

Ответ: ЭПР

Задание 14. Объясните, как ЯМР-спектроскопия может быть использована для контроля качества химической продукции.

Ответ: ЯМР-спектроскопия позволяет идентифицировать соединения, определять их чистоту, количественный состав и структуру. Это обеспечивает соответствие продукции нормативным требованиям.

Задание 15. Объясните, как масс-спектрометрия может быть использована для контроля качества конечной продукции.

Ответ: Масс-спектрометрия позволяет определять молекулярную массу, идентифицировать примеси и контролировать состав продукции.

7 ПЕРЕЧЕНЬ ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ПРОЦЕССЕ ОБУЧЕНИЯ

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

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

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

8 ОСОБЕННОСТИ ИЗУЧЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ ИНВАЛИДАМИ И ЛИЦАМИ С ОГРАНИЧЕННЫМИ ВОЗМОЖНОСТЯМИ ЗДОРОВЬЯ

При обучении лиц с ограниченными возможностями здоровья применяются адаптивные образовательные технологии в соответствии с условиями, изложенными в разделе «Особенности реализации образовательной программы для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья» основной образовательной программы (использование специальных учебных пособий и дидактических материалов, специальных технических средств обучения коллективного и индивидуального пользования, предоставление услуг

ассистента (помощника), оказывающего обучающимся необходимую техническую помощь и т. п.) с учётом индивидуальных особенностей обучающихся.

Для обучающихся с ограниченными возможностями здоровья предусмотрены следующие формы организации педагогического процесса и контроля знаний:

- для слабовидящих:

обеспечивается индивидуальное равномерное освещение не менее 300 люкс;

для выполнения контрольных заданий при необходимости предоставляется увеличивающее устройство;

задания для выполнения, а также инструкции о порядке выполнения контрольных заданий оформляются увеличенным шрифтом (размер 16-20);

- для глухих и слабослышащих:

обеспечивается наличие звукоусиливающей аппаратуры коллективного пользования, при необходимости обучающимся предоставляется звукоусиливающая аппаратура индивидуального пользования;

- для лиц с тяжелыми нарушениями речи, глухих, слабослышащих все контрольные задания по желанию могут проводиться в письменной форме.

Основной формой организации педагогического процесса является интегрированное обучение инвалидов, т.е. все обучающиеся учатся в смешанных группах, имеют возможность постоянно общаться со сверстниками, легче адаптируются в социуме.

9 СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННЫХ РЕСУРСОВ

9.1 Литература

1. Марченко, З. Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе / З. Марченко, М. Бальцежак. – М. : Бином. Лаборатория Знаний, 2007. – 711 с. (8 экз.)

2. Пентин, Ю.А. Физические методы исследования в химии: учебник для студ. вузов / Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. – М. : Мир, 2006. – 688 с. (10 экз.)

3. Физические методы исследования неорганических веществ: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. А.Б. Никольского. – М. : Издательский центр «Академия», 2006. – 442 с. (50 экз.)

9.2 Базы данных и информационно-справочные системы

1. XuMuK.ru <http://www.xumuk.ru>

2. Электронная библиотека по химии <http://www.chem.msu.su/rus/elibrary/>

3. Портал научной электронной библиотеки <http://elibrary.ru/defaultx.asp>

9.3 Электронно-библиотечные ресурсы

1. Polpred.com Обзор СМИ/Справочник <https://polpred.com/news>

2. ЭБС «Юрайт» <https://urait.ru>

10 МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ БАЗА

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

Ауд. 219 «А». Лаборатория химической технологии

- Стол лабораторный 2-мест. (12 шт.)
- Стул (24 шт.)
- Стол преподавателя (1 шт.)
- Стул преподавателя (1 шт.)

- Пюпитр (1 шт.)
- Аудиторная доска (1 шт.)
- Компьютер с установленным лицензионным специализированным программным обеспечением (3 шт.)
- 8 - портовый коммутатор D-Link для выхода в электронно-библиотечную систему и электронную информационно-образовательную среду БГПУ (1 шт.)
- Мультимедийный проектор SHARP -10 X(1 шт.)
- Принтер лазерный «CANON» (2 шт.)
- Экспозиционный экран (навесной) (1 шт.)
- ЯМР-спектрометр низкого разрешения «Спин Трэк» (1 шт.)
- Весы GF-300 (1 шт.)
- Весы торсионные BT-100 (1 шт.)
- Вискозиметр (4 шт.)
- Иономер (3 шт.)
- Кондуктометр анион-4120 (3 шт.)
- КФК-2 (1 шт.)
- Люксмер (1 шт.)
- Мешалка магнитная П-Э-6100 (2 шт.)
- Модуль «Термический анализ» (3 шт.)
- Модуль «Термостат» (3 шт.)
- Модуль «Универсальный контроллер» (3 шт.)
- Модуль «Электрохимия» (3 шт.)
- Модуль универсальный (6 шт.)
- Набор сит КП-131(1 шт.)
- Поляриметр (1 шт.)
- Потенциометр (1 шт.)
- Центрифуга лабораторная ОПН-8 (с ротором) (1 шт.)
- Штатив для электродов (2 шт.)
- Эксикатор с краном (1 шт.)
- Модуль «Общелабораторный» (1 шт.)
- Спектрофотометр (1 шт.)
- Спектрофотометр КФК-3КМ (1 шт.)
- Комплект ариометров (1 шт.)
- Метроном (1 шт.)
- Мост реохордный с сосудом
- Термостат ТС-1/80 СПУ (1 шт.)
- Штативы для пробирок, нагревательные приборы, лабораторная посуда
- Химические реактивы по тематике лабораторных работ
- Ауд. 331 «А». Лаборатория физических методов исследования**
- Стол лабораторный -2-мест. (4шт.)
- Стул (8 шт.)
- Стол преподавателя (1 шт.)
- Компьютер с установленным лицензионным специализированным программным обеспечением (4 шт.)
- 8 - портовый коммутатор D-Link для выхода в электронно-библиотечную систему и электронную информационно-образовательную среду БГПУ (1 шт.)
- МФУ «SAMSUNG» (1 шт.)
- Дериватограф STA PT 1000 в комплекте (1 шт.)
- ИК Фурье-спектрометр ФСМ 2202 (1 шт.)

- Рефрактометр лабораторный ИРФ-454Б2М (с подсветкой и доп. шкалой) (1 шт.)
- Тигель платиновый с крышкой; объем 0,12 мл (2 шт.)
- Ультразвуковая ванна (1 шт.)
- Хроматомасс-спектрометр GCMS-QP2010SE с устройством прямого ввода DI-2010 (1 шт.)

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

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

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

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

11 ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ И ДОПОЛНЕНИЙ

Утверждение изменений и дополнений в РПД для реализации в 2025/2026 уч. г.
РПД пересмотрена, обсуждена и одобрена для реализации в 2025/2026 уч. г. на заседании кафедры химии (протокол № 6 от 26 марта 2025 г.).