

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Кубанский государственный университет»
Факультет химии и высоких технологий

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной работе,
качеству образования – первый
проректор

_____ Хагуров Т.А.
подпись
« 28 » мая 2021 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА
Б1.О.08 СПЕКТРОСКОПИЯ ЯМР

Направление подготовки	<u>04.04.01 Химия</u>
Направленность (профиль) <u>на их основе</u>	<u>перспективные соединения и материалы</u>
Форма обучения	<u>очная</u>
Квалификация	<u>магистр</u>

Краснодар 2021

Рабочая программа дисциплины «Спектроскопия ЯМР» составлена в соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом высшего образования (ФГОС ВО) по направлению подготовки 04.04.01. Химия(уровень магистратуры)

Программу составили:

Доценко В.В. , док. хим. наук, профессор



Рабочая программа дисциплины «Спектроскопия ЯМР» утверждена на заседании кафедры органической химии и технологий протокол № 9 «17» мая 2021 г

И.о. заведующего кафедрой канд. хим. наук, доцент Кузнецова С.Л.



Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры органической химии и технологий

протокол №8 «17» мая 2021г.

И.о. заведующего кафедрой канд. хим. наук, доцент Кузнецова С.Л.



Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры общей, неорганической химии и информационно-вычислительных технологий в химии

протокол №10 « » 2021г

Заведующий кафедрой д-р хим. наук, профессор Буков Н.Н.



Утверждена на заседании учебно-методической комиссии факультета химии и высоких технологий

протокол № 7 «24» мая 2021г.

председатель УМК Фх и ВТ канд. хим. наук Беспалов А.В.



Рецензенты:

Дядюченко Л.В., к.хим.н., ведущий научный сотрудник лаборатории регуляторов роста растений ФБГНУ ВНИИБЗР

Кононенко Н.А. док. хим. наук, профессор кафедры физической химии ФГБОУ ВО «КубГУ»

1 Цели и задачи изучения дисциплины (модуля)

1.1 Цель освоения дисциплины

Целью освоения дисциплины является – изучение теоретических аспектов метода ЯМР спектроскопии и использование его для определения структуры органических соединений.

1.2 Задачи дисциплины

Задачи учебной дисциплины «Спектроскопия ЯМР» состоят в освоении профессиональных знаний и получении профессиональных навыков в области структурного анализа сложных органических веществ физическими методами. Студенты должны научиться интерпретировать простейшие ЯМР спектры. Обобщение и систематизация знаний по спектроскопии ЯМР и ЭПР.

1.3 Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы

Дисциплина «ЯМР спектроскопия» относится к обязательной части Блока 1 учебного плана направления подготовки магистратуры 04.04.01 - Химия, профиля «Перспективные соединения и материалы на их основе».

Для ее изучения необходимо предварительное изучение курсов бакалавриата «Органическая химия», «Кристаллография» и «Строение вещества». Знания и навыки, полученные в результате освоения данного курса, могут быть использованы при Теоретические закономерности и стратегия синтеза новых материалов, а также использованы при решении различных задач в научно- исследовательской работе студентов.

В соответствии с рабочим учебным планом дисциплина изучается в первом семестре. Вид промежуточной аттестации: зачет.

1.4 Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине (модулю), соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы

Изучение данной учебной дисциплины направлено на формирование у обучающихся следующих компетенций:

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения по дисциплине
ОПК-1. Способен выполнять комплексные экспериментальные и расчетно-теоретические исследования в избранной области химии или смежных наук с использованием современных приборов, программного обеспечения и баз данных профессионального назначения.	
ИОПК-1.1. Приобретает систематические теоретические и практические знания в избранной области химии или смежных наук, анализирует возникающие в процессе научного исследования проблемы с точки зрения современных научных теорий, осмысливает и делает обоснованные выводы из научной и учебной литературы.	знает теоретические основы метода ЯМР спектроскопии
	умеет анализировать полученные результаты ЯМР спектроскопического исследования; определять по спектральным данным состав и структуру молекулы
	владеет навыками самостоятельно интерпретировать результаты ЯМР спектроскопических исследований и принимать грамотные научно- обоснованные решения
ИОПК-1.2. Использует существующие и разрабатывает новые методики получения и характеристики веществ и материалов для решения задач в избранной области химии или смежных наук.	знает методики исследования строения и свойства химических соединений методом ЯМР спектроскопии
	умеет использовать существующие и разрабатывает новые методики для решения профессиональных задач в области структурного анализа химических соединений методом ЯМР спектроскопии
	владеет навыками выполнения базовых операций по исследованию строения и свойств химических соединений методом ЯМР спектроскопии

ИОПК-1.3. Использует современное оборудование, программное обеспечение, профессиональные базы данных и расчетно-теоретические методы химии для решения профессиональных задач.	знает теоретические основы современных информационных технологий и расчетно-теоретические методы химии
	умеет работать на современном оборудовании, анализировать, оптимизировать и применять современные информационные технологии для решения профессиональных задач.
	владеет навыками работы с компьютерными технологиями, применяемыми при обработке и хранении результатов ЯМР спектроскопических исследований

Результаты обучения по дисциплине достигаются в рамках осуществления всех видов контактной и самостоятельной работы обучающихся в соответствии с утвержденным учебным планом.

Индикаторы достижения компетенций считаются сформированными при достижении соответствующих им результатов обучения.

2. Структура и содержание дисциплины

2.1 Распределение трудоёмкости дисциплины по видам работ

Общая трудоёмкость дисциплины составляет 5 зачетных единиц (180 часов), их распределение по видам работ представлено в таблице

Виды работ		Всего часов	Форма обучения
			очная
			1 семестр (часы)
Контактная работа, в том числе:			
Аудиторные занятия (всего):		68	68
занятия лекционного типа		16	16
лабораторные занятия		52	52
практические занятия			
семинарские занятия			
Иная контактная работа:			
Контроль самостоятельной работы (КСР)		-	-
Промежуточная аттестация (ИКР)		0.2	0.2
Самостоятельная работа, в том числе:		111.8	111.8
Оформление лабораторных работ		20	20
Самостоятельное изучение теоретического материала		30	30
Самостоятельное решение задач		30	30
Подготовка к текущему контролю		31,8	31,8
Контроль:			
Подготовка к экзамену		-	-
Общая трудоёмкость	час.	180	180
	в том числе контактная работа	68,2	68,2
	зач. ед	5	5

2.2 Содержание дисциплины

Распределение видов учебной работы и их трудоёмкости по разделам дисциплины.

Разделы (темы) дисциплины, изучаемые в 1 семестре (очная форма обучения)

№ разд	Наименование разделов	Количество часов		
		Всего	Аудиторная работа	Внеаудиторная работа

№	Наименование	Л	ПЗ	ЛР	СРС
1	Введение в курс ЯМР спектроскопии	27	2	8	15
2.	Общий анализ ЯМР-спектров	32	4	10	10
3.	Константы спин-спинового взаимодействия	32	2	6	10
4.	Специальные методы спектроскопии ЯМР.	32	4	10	10
5.	Интерпретация ЯМР спектров	27	2	12	25
6.	Основы ЭПР спектроскопии.	38.8	2	6	5.8
Итого по дисциплине:		16		52	111,8

Примечание: Л – лекции, ПЗ – практические занятия / семинары, ЛР – лабораторные занятия, СРС – самостоятельная работа студента

2.3 Содержание разделов (тем) дисциплины

2.3.1 Занятия лекционного типа

№	Наименование раздела	Содержание раздела	Форма текущего контроля
1	Введение в курс ЯМР спектроскопии	ЯМР спектроскопия и её место среди физических методов изучения вещества. Теоретические аспекты явления ЯМР. История развития ЯМР спектроскопии. Спиновые числа и магнитный момент атомов. Условия магнитного резонанса. Устройство приборов ЯМР. Возможности метода.	Устный опрос
2.	Общий анализ ЯМР-спектров	Растворители, внутренний и внешний стандарты. Параметры спектров ЯМР. Ширина и интенсивность линии ЯМР. Вид резонансных сигналов. Интегрирование. Химический сдвиг. Химические сдвиги ядер ^1H и ^{13}C органических молекул. Понятие о тонкой структуре спектров ЯМР ^1H и ^{13}C , КССВ.	Устный опрос
3.	Константы спин-спинового взаимодействия	Зависимость величины КССВ ^1H - ^1H от взаимного расположения взаимодействующих протонов. Дальние константы. Характерные КССВ (<i>цис</i> -, <i>транс</i> -алкены, ароматические протоны). Типы спиновых систем (AB_2 , ABX). Уравнения Карплуса, Гарбиша, Диеза-Альтоны-Дондерса	Устный опрос

4.	Специальные методы спектроскопии ЯМР.	Специальные методы спектроскопии ЯМР. Двумерные методики COSY. Ядерный эффект Оверхаузера. Теоретические основы и вид спектров ЯЭО. Возможности современных методик спектроскопии ЯМР ^1H и ^{13}C в установлении структуры сложных органических соединений. DEPT, HSQC, HMBC, APT, INADEQUATE	Устный опрос, контрольная работа
5.	Интерпретация ЯМР спектров	Характеристичные сигналы в протонных и углеродных спектрах алкенов, алкинов, аренов, карбоновых кислот и карбонильных соединений. Их использование для установления структуры.	Устный опрос
6.	Основы ЭПР спектроскопии.	Основы ЭПР спектроскопии. Физические основы спектроскопии ЭПР. Магнитный диполь во внешнем поле. Квантование магнитного момента. Эффект Зеемана. Основное уравнение ЭПР. Понятие о g-факторе.	Устный опрос, контрольная работа

2.3.2. Занятия семинарского типа – не предусмотрены .

2.3.3. Лабораторные занятия

№	Наименование раздела	Наименование лабораторных работ	Форма текущего контроля
1	2	3	4
1.	Введение в курс ЯМР спектроскопии	Общий анализ ^1H ЯМР спектра соединения	Устный опрос, решение задач
2	Общий анализ ЯМР-спектров	Анализ ЯМР спектра сложной молекулы	Устный опрос, решение задач
3	Константы спин-спинового взаимодействия	Анализ ^{13}C спектра соединения	Устный опрос, решение задач
4	Специальные методы спектроскопии ЯМР.	Анализ двумерного COSY спектра соединения	Устный опрос, решение задач
5	Интерпретация ЯМР спектров	Анализ двумерного HSQC спектра соединения	Устный опрос, решение задач
6	Основы ЭПР спектроскопии.	Анализ двумерного HMBC спектра соединения	Устный опрос, решение задач

2.3.4. Примерная тематика курсовых работ

Курсовая работа не предусмотрена учебным планом.

2.4 Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине

№	Вид СРС	Перечень учебно-методического обеспечения дисциплины повышению самостоятельной работы
1	2	3
1	Оформление лабораторных работ	<p>1. Методические рекомендации к организации аудиторной и внеаудиторной (самостоятельной) работы студентов: методические указания / сост. Т.П. Стороженко, Т.Б. Починок, А.В. Беспалов, Н.В. Лоза. – Краснодар: Кубанский гос. ун-т, 2018. - 89 с.</p> <p>2. Васильева, В.И. Спектральные методы анализа. Практическое руководство [Электронный ресурс] : учебное пособие / В.И. Васильева, О.Ф. Стоянова, И.В. Шкутина, С.И. Карпов ; под ред. Селеменева В.Ф., Семенова В.Н.. — Электрон. дан. — Санкт-Петербург : Лань, 2014. — 416 с. — Режим доступа: https://e.lanbook.com/book/50168 . — Загл. с экрана</p>
2.	Самостоятельное изучение теоретического материала	<p>3. Устынюк, Ю. А. Лекции по спектроскопии ядерного магнитного резонанса [Электронный ресурс] . Ч. 1 : Вводный курс / Устынюк Ю. А. - М. : Техносфера, 2016. - https://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=444862&sr=1.</p> <p>4. Методические рекомендации к организации аудиторной и внеаудиторной (самостоятельной) работы студентов: методические указания / сост. Т.П. Стороженко, Т.Б. Починок, А.В. Беспалов, Н.В. Лоза. – Краснодар: Кубанский гос. ун-т, 2018. - 89 с.</p> <p>5. Спектроскопия / Беккер, Юрген ; Ю. Беккер ; пер. с нем. Л.Н. Казанцевой под ред. А. А. Пупышева, М. В. Поляковой. - М. : Техносфера, 2009. - 527 с. : ил. - (Мир химии). - Библиогр. : с. 507-522. - ISBN 9785948362205.</p>
3	Самостоятельное решение задач	<p>1. Устынюк, Ю. А. Лекции по спектроскопии ядерного магнитного резонанса [Электронный ресурс] . Ч. 1 : Вводный курс / Устынюк Ю. А. - М. : Техносфера, 2016. - https://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=444862&sr=1.</p> <p>2. Методические рекомендации к организации аудиторной и внеаудиторной (самостоятельной) работы студентов: методические указания / сост. Т.П. Стороженко, Т.Б. Починок, А.В. Беспалов, Н.В. Лоза. – Краснодар: Кубанский гос. ун-т, 2018. - 89 с.</p> <p>3. Спектроскопия / Беккер, Юрген ; Ю. Беккер ; пер. с нем. Л.Н. Казанцевой под ред. А. А. Пупышева, М. В. Поляковой. - М. : Техносфера, 2009. - 527 с. : ил. - (Мир химии). - Библиогр. : с. 507-522. - ISBN 9785948362205.</p>
.	Подготовка к текущему контролю	<p>1. Устынюк, Ю. А. Лекции по спектроскопии ядерного магнитного резонанса [Электронный ресурс] . Ч. 1 : Вводный курс / Устынюк Ю. А. - М. : Техносфера, 2016. - https://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=444862&sr=1.</p> <p>2. Методические рекомендации к организации аудиторной и внеаудиторной (самостоятельной) работы студентов: методические указания / сост. Т.П. Стороженко, Т.Б. Починок, А.В. Беспалов, Н.В. Лоза. – Краснодар: Кубанский гос. ун-т, 2018. - 89 с.</p> <p>3. Спектроскопия / Беккер, Юрген ; Ю. Беккер ; пер. с нем. Л.Н. Казанцевой под ред. А. А. Пупышева, М. В. Поляковой. - М. : Техносфера, 2009. - 527 с. : ил. - (Мир химии). - Библиогр. : с. 507-522. - ISBN 9785948362205.</p>

Для лиц с ограниченными возможностями здоровья предусмотрена организация консультаций с использованием электронной почты Учебно-методические материалы для самостоятельной работы обучающихся из числа инвалидов и лиц с ограниченными

возможностями здоровья (ОВЗ) предоставляются в формах, адаптированных к ограничениям их здоровья и восприятия информации:

Для лиц с нарушениями зрения:

- в печатной форме увеличенным шрифтом,
- в форме электронного документа,
- в форме аудиофайла,
- в печатной форме на языке Брайля.

Для лиц с нарушениями слуха:

- в печатной форме,
- в форме электронного документа.

Для лиц с нарушениями опорно-двигательного аппарата:

- в печатной форме,
- в форме электронного документа,
- в форме аудиофайла.

Данный перечень может быть конкретизирован в зависимости от контингента обучающихся.

3. Образовательные технологии, применяемые при освоении дисциплины (модуля)

В ходе изучения дисциплины предусмотрено использование следующих образовательных технологий: лекции, лабораторные занятия, самостоятельная работа студентов.

Компетентностный подход в рамках преподавания дисциплины реализуется в использовании интерактивных технологий и активных методов (проблемная лекция, работа в малых группах) в сочетании с внеаудиторной работой.

Информационные технологии, применяемые при изучении дисциплины: использование информационных ресурсов, доступных в информационно-телекоммуникационной сети Интернет.

Адаптивные образовательные технологии, применяемые при изучении дисциплины – для лиц с ограниченными возможностями здоровья предусмотрена организация консультаций с использованием электронной почты.

4. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации

Оценочные средства предназначены для контроля и оценки образовательных достижений обучающихся, освоивших программу учебной дисциплины *Спектроскопия ЯМР*

Оценочные средства включает контрольные материалы для проведения **текущего контроля** в форме заданий для самостоятельного решения, задач для решения в аудитории, контрольных работ, контрольных вопросов к лабораторным работам, и **промежуточной аттестации** в форме вопросов и задач к зачету.

Структура оценочных средств для текущей и промежуточной аттестации

№ п/п	Код и наименование индикатора (в соответствии с п. 1.4)	Результаты обучения (в соответствии с п. 1.4)	Наименование оценочного средства	
			Текущий контроль	Промежуточная аттестация
1	ИОПК-1.1. Приобретает систематические теоретические и практические знания в избранной области	знает теоретические основы метода ЯМР спектроскопии	Контрольная работа; Задачи для решения в аудитории, <i>ЛР</i>	Вопрос к зачету

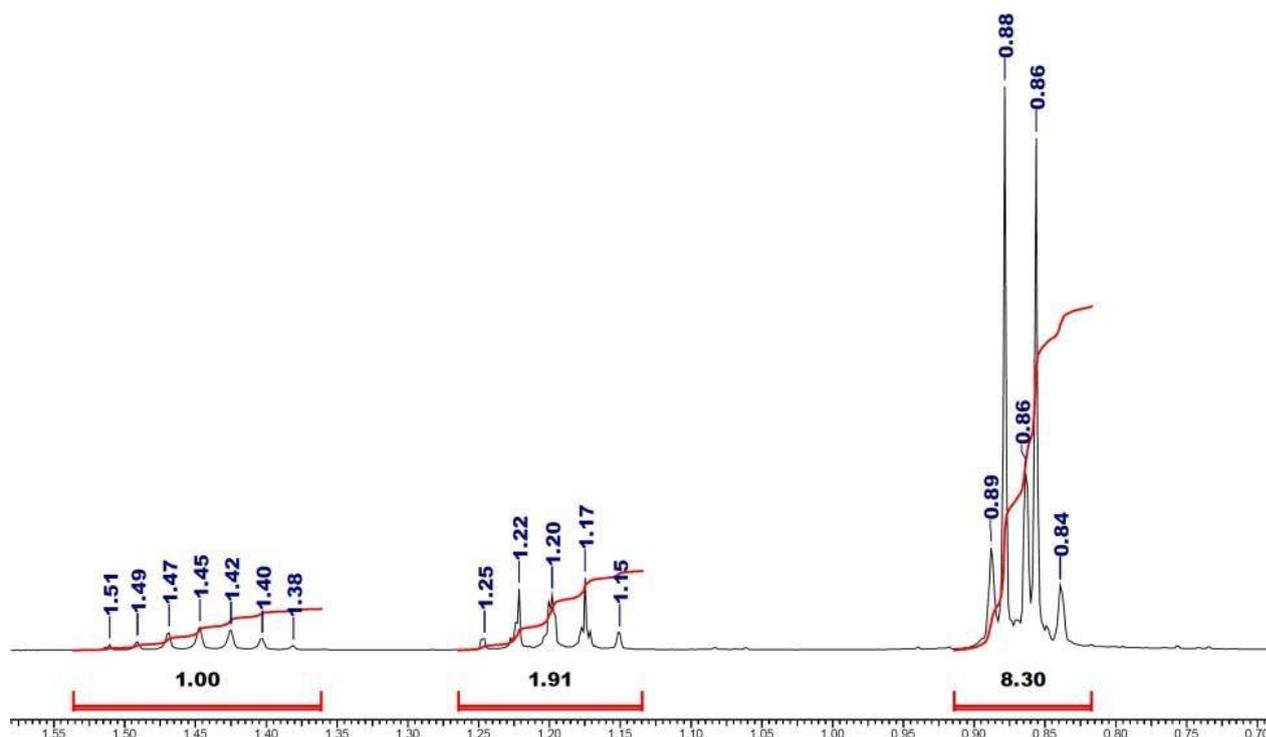
	химии или смежных наук, анализирует возникающие в процесснаучного исследования проблемы с точки зрения современных научных теорий, осмысливает и делает обоснованные выводы из научной и учебной литературы.	умеет анализировать полученные результаты ЯМР спектроскопического исследования; определять по спектральным данным состав и структуру молекулы	Лабораторная работа, Задания для самостоятельного решения, ЛР	- Вопрос к зачету
		владеет навыками самостоятельно интерпретировать результаты ЯМР спектроскопических исследований и принимать грамотные научно-обоснованные решения	Лабораторная работа, Задания для самостоятельного решения, ЛР	-
2	ИОПК-1.2. Использует существующие и разрабатывает новые методики получения и характеристики веществ и материалов для решения задач в избранной области химии или смежных наук.	знает методики исследования строения и свойства химических соединений методами ЯМР спектроскопии	Контрольная работа	Вопрос к зачету
		умеет использовать существующие и разрабатывает новые методики для решения профессиональных задач в области структурного анализа химических соединений методами ЯМР спектроскопии	Задачи для решения в аудитории; Задания для самостоятельного решения, ЛР	
		владеет навыками выполнения базовых операций по исследованию строения и соединений методами ЯМР спектроскопии	Задачи для решения в аудитории; ЛР	Вопрос на экзамене;
3	ИОПК-1.3. Использует современное оборудование, программное обеспечение, профессиональные базы данных и расчетно-теоретические методы химии для решения профессиональных задач.	знает теоретические основы современных информационных технологий и расчетно-теоретические методы химии	Задачи для решения в аудитории;	Вопрос к зачету
		умеет работать на современном оборудовании, анализировать, оптимизировать и применять современные информационные технологии для решения профессиональных задач.	Задания для самостоятельного решения, ЛР	Вопрос к зачету
		владеет навыками работы с компьютерными технологиями, применяемыми при обработке и хранении результатов ЯМР спектроскопических исследований	Задачи для решения в аудитории; ЛР	

Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы

Задания для самостоятельного выполнения

Пример заданий для контрольных работ:

1. Определить строение соединения состава C_5H_{12} .

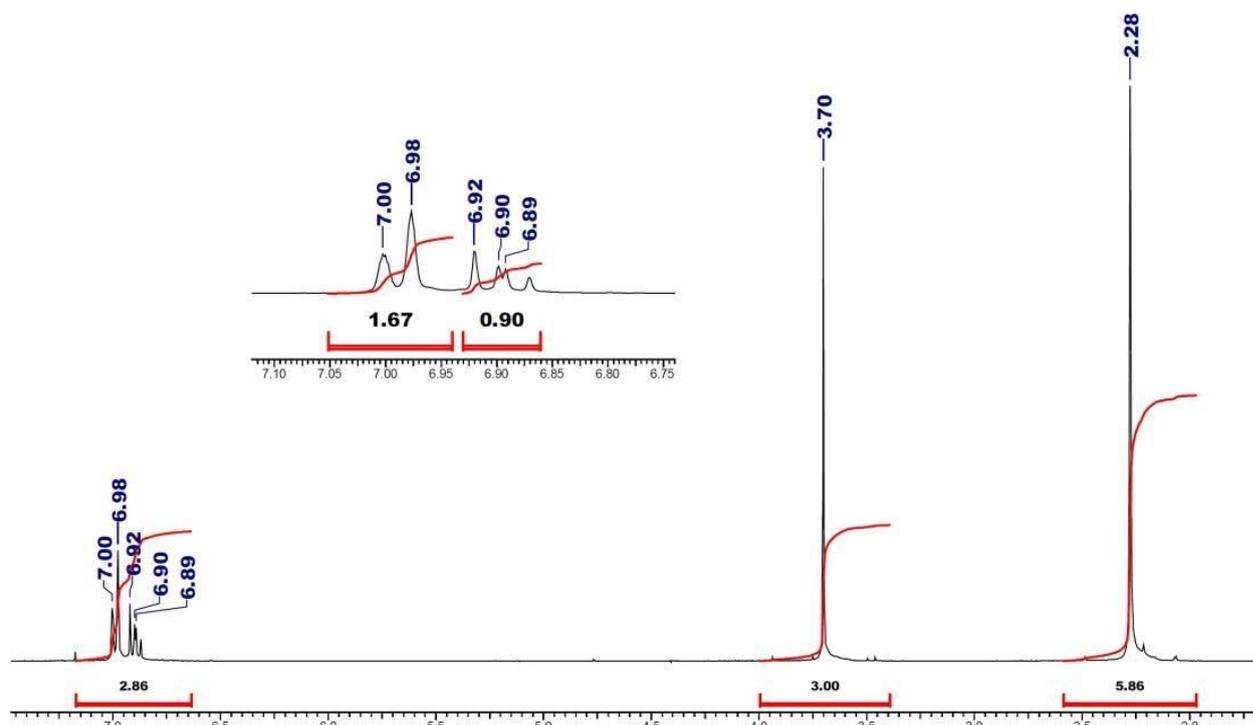


Решение

Из состава и диапазона спектра мы видим, что имеем дело с алифатическим соединением. Сигнал на 0,85 м.д. относится, скорее всего, к метильным группам CH_3 , а оставшиеся два сигнала расположены в области, характерной для метиленов. Анализируя величину интегралов, получаем, что в нашем соединении присутствует одна группа CH_2 , одна группа CH и три группы CH_3 . Такой расклад полностью соответствует брутто-формуле, предложенной в задаче. Отклонение величины интеграла от 9 является допустимым и может быть вызвано как некорректным выбором диапазона интегрирования, так и неполной релаксацией метильных протонов в ходе эксперимента. Анализ сигнала на 0,85 м.д. показывает, что данный сигнал представляет собой перекрывание нескольких сигналов: {триплет и дублет} либо {триплет, синглет, синглет}. Триплет может образоваться при расщеплении на двух протонах, т. е. имеем фрагмент $\text{CH}_3\text{-CH}_2$. При этом метиленовая группа, расщепляющаяся наметильной, будет давать квартет. В нашем же случае мы видим в сигнале CH_2 не четыре, а пять линий, причем не соответствующих треугольнику Паскаля. Таким образом, мы можем предположить, что это два квартета, наложившихся друг на друга, что возможно в случае фрагмента $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}$. И действительно, никакую другую группу сюда не присоединить. В результате получается соединение 2-метилбутан ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_3)_2$).

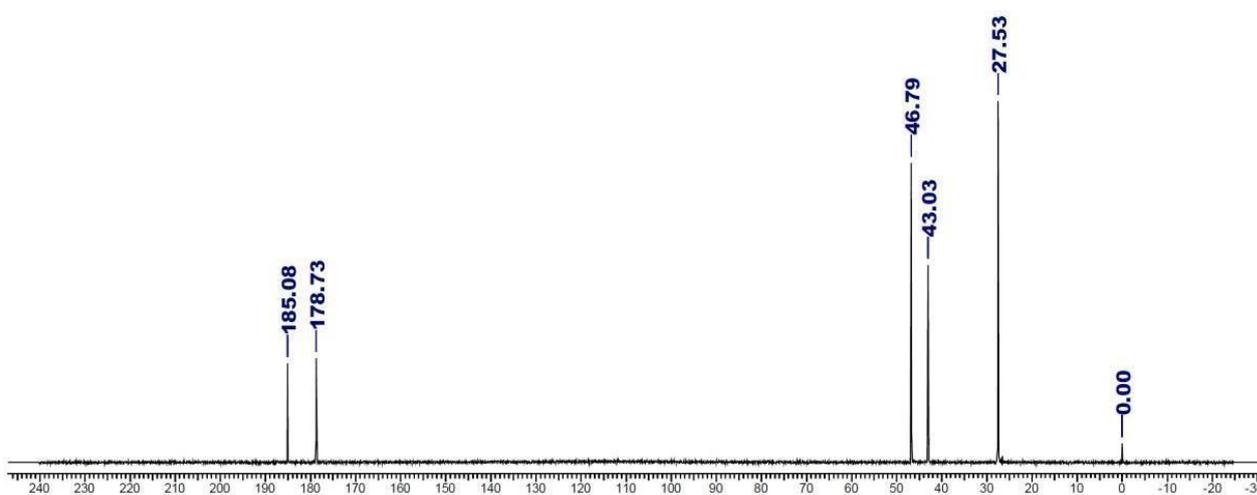
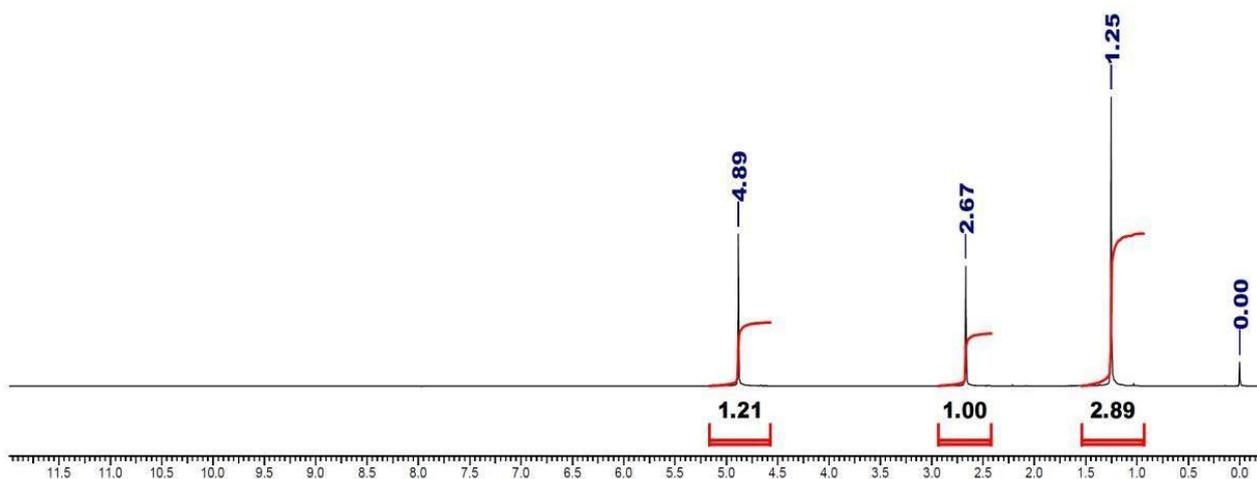
Ответ: 2-метилбутан ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_3)_2$).

2. Определить строение соединения состава $\text{C}_9\text{H}_{12}\text{O}$.



Решение. Анализируя спектр, видим, что соединение включает в себя ароматическую область (в районе 7 м.д.) и алифатическую (2,3 и 3,7 м.д.). Причем область в диапазоне 3,5–4,5 м.д. характерна для протонов метильных и метиленовых групп, непосредственно связанных с атомом кислорода, а значение 2,3 м.д. – для метильных групп, присоединенных к ароматической системе (например, толуол). Интегральная интенсивность показывает, что три протона содержатся в ароматическом кольце, три протона находятся в группе, связанной с атомом кислорода, и шесть протонов – в группе, соответствующей сигналу на 2,3 м.д. Таким образом, получается набор фрагментов: C_6H_3- (ароматика), CH_3-O- , $2 \times CH_3-$, что полностью соответствует брутто-формуле. Осталось определить характер и по-рядок замещения бензольного кольца. В ароматической области мы видим сильносвязанную обменную систему трех протонов типа АВ2 (вставка в спектре). Об этом свидетельствует сильный «эффект крыши». Этот факт и расщепление сигналов на дублет (7,0 м.д.) и дублет дублетов (6,9 м.д.) показывает, что перед нами 1,2,3-замещенное кольцо. Совпадение сигналов метильных групп на 2,3 м.д. говорит о том, что перед нами симметричная структура. Таким образом, мы получаем 2,6-диметиланизол. Ответ: 2,6-диметиланизол.

3. На полке с реактивами стояла старая банка с каким-то белым порошком. На потертой этикетке значилась загадочная надпись «...овая кислота». На основании спектров ЯМР определите, что это за кислота. Температура плавления – 139–142 °С.

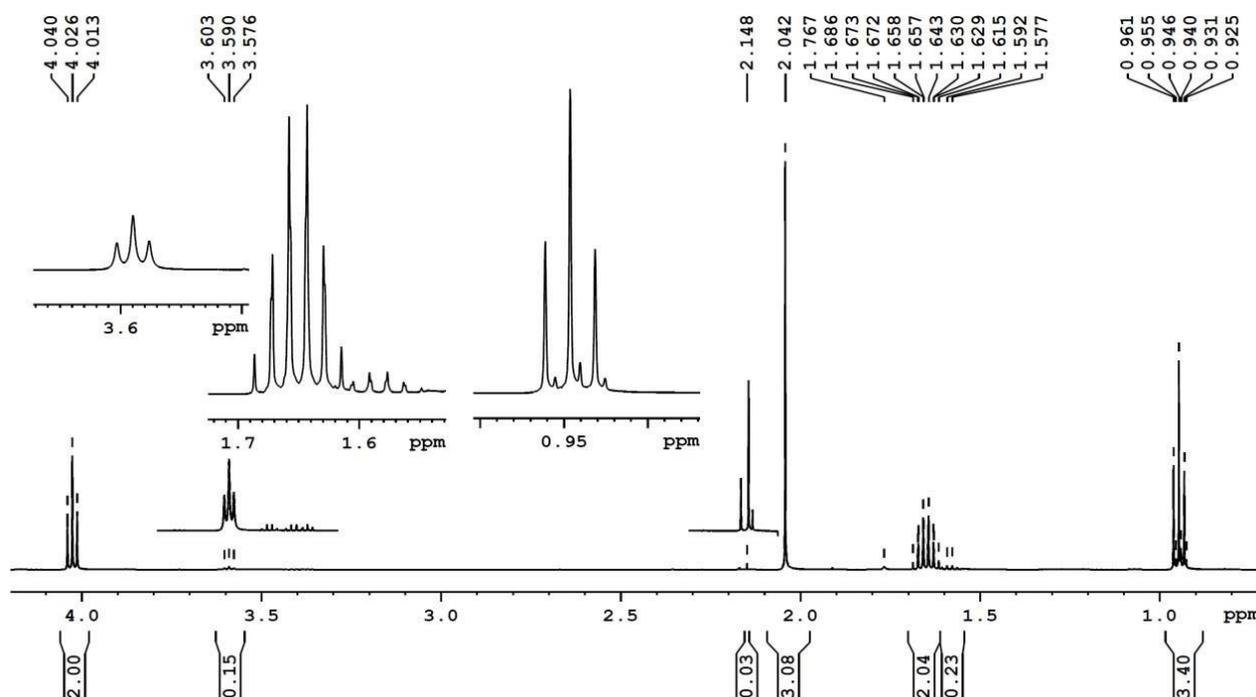


Решение. В представленной задаче два спектра: спектр на ядре ^1H и спектр на ядре ^{13}C . Из протонного спектра видно, что это алифатическая кислота, содержащая CH_3 -группу (1,25 м.д.). Отсутствие расщепления на сигналах говорит о том, что взаимодействия между протонами в этой кислоте нет, т. е. все протонсодержащие группы расположены далеко (минимум через атом) друг от друга. Сигнал в области 2,67 может принадлежать группе CH_2 или CH . Область в районе 5 м.д. характерна для протонов при sp^2 -гибридизованном атоме углерода либо для «подвижных» протонов OH -групп. Анализ углеродного спектра показывает, что в соединении присутствуют две неэквивалентные карбоксильные группы (область 180 м.д.), а также еще три типа атомов углерода в алифатической области.

Увеличивая вдвое значения интегралов в протонном спектре, мы получаем две неэквивалентные карбоксильные группы (в протонном спектре они дают один сигнал, так как протоны находятся в обмене между собой и протонами воды), одна CH_2 -группа и две эквивалентные метильные группы. Суммируя это с данными углеродного спектра, получаем: $2 \times -\text{COOH}$, $2 \times -\text{CH}_3$, $-\text{CH}_2-$, $-\text{C}-$. Собирая все воедино, получаем, что кислота на полке – 2,2-диметилянтарная.

Ответ: 2,2-диметилянтарная кислота.

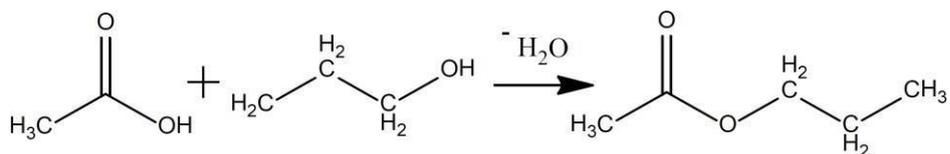
4. Определить состав реакционной смеси, полученной в ходе синтеза пропилацетата.
Растворитель – CDCl_3 .



В представленном спектре видим четыре интенсивных сигнала, Соотнесем их по интегральной интенсивности и мультиплетности:

- 0,94 м.д. – триплет от CH_3 -группы пропильного фрагмента;
- 1,65 м.д. – мультиплет от CH_3-CH_2 -группы;
- 2,04 м.д. – синглет от группы CH_3-COO ;
- 4,02 м.д. – триплет от группы $-\text{CH}_2-\text{OCO}$.

По увеличенным фрагментам спектра видно, что присутствуют еще сигналы примеси, причем они сопутствуют сигналам пропильного фрагмента. Соответственно, представляя реакцию получения сложного эфира, можем предположить наличие *n*-пропанола.



Сигнал от уксусной кислоты в хлороформе проявляется при 2,10 м.д. (прил. 2.6) и в спектре не наблюдается. Таким образом, качественный состав смеси определен. Для того, чтобы определить количество н-пропанола в смеси, проанализируем интегральные интенсивности сигналов. Интенсивности метильных групп сравнить не удастся ввиду их перекрывания. Можно только оценить долю следующим образом. Суммарный интеграл составляет 3,40, тогда как вклад метильной группы эфира должен быть равен 3,00. Таким образом, доля примеси $\omega = 0,40/3,40 = 0,12$. Аналогично анализируем остальные сигналы:

$$I(-\text{CH}_2-\text{OCO}) : I(-\text{CH}_2-\text{OH}) = 2,00 : 0,15; \omega = 0,07;$$

$$I(\text{CH}_3-\text{CH}_2-) : I(\text{CH}_3-\text{CH}_2-) = 2,04 : 0,23; \omega = 0,10.$$

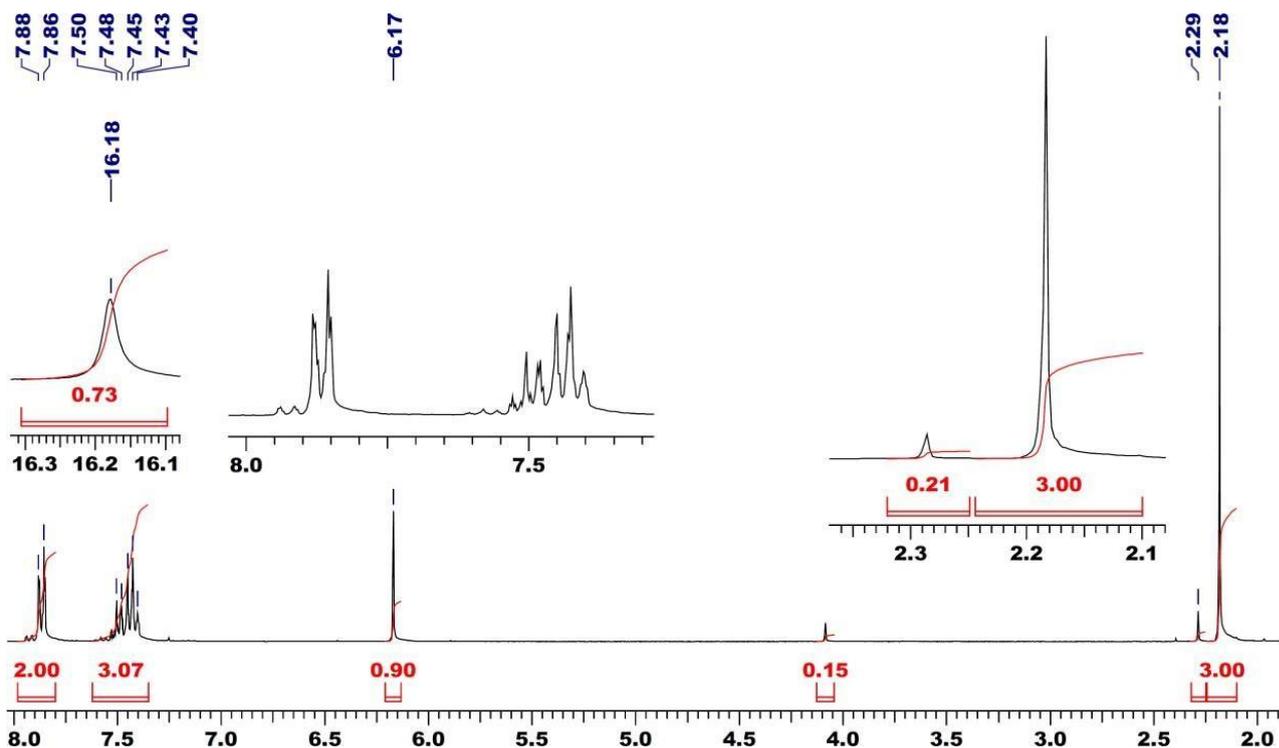
Получается, что количество примеси составляет около 10 %.

При решении подобных задач стоит помнить следующее.

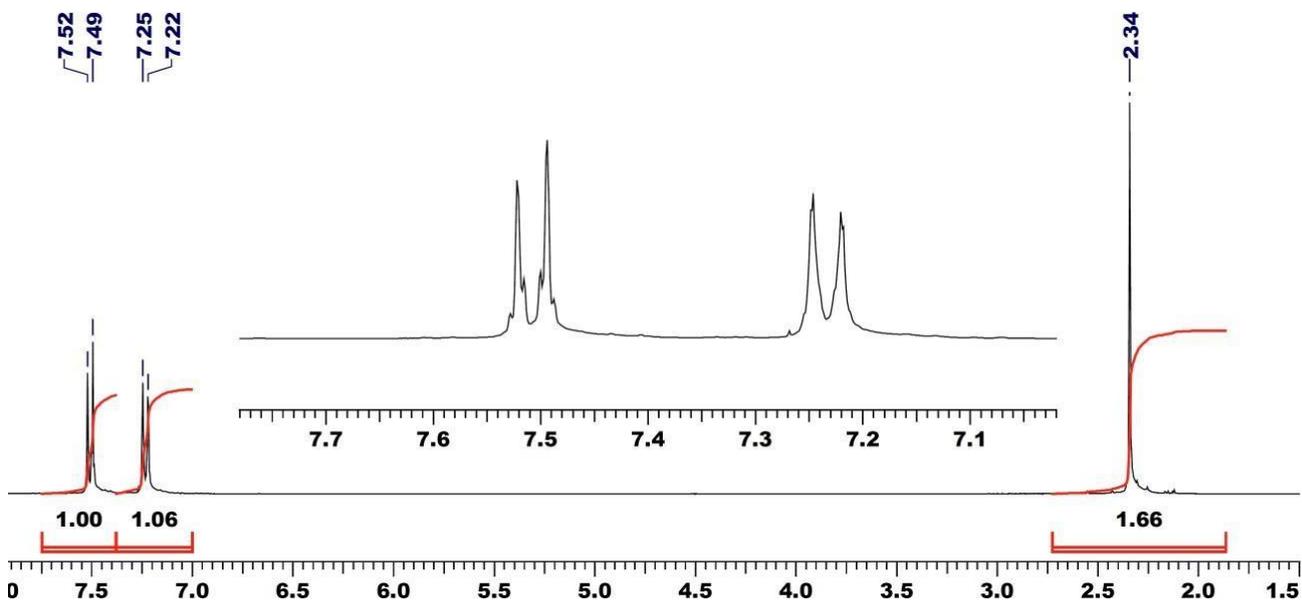
1. Необходимо сравнивать интегральную интенсивность, приходящуюся на ОДИН протон, т. е. $I(-\text{CH}_2-) : I(-\text{CH}-) = 2 : 1$ означает равное количество групп (в молях), так как количество протонов в них отличается также вдвое, т. е. $\omega = 0,5$.
2. Протоны, относящиеся к разным группам (например, метильные и альдегидные протоны), могут иметь различное время релаксации. В результате, если релаксационная задержка была выбрана неверно, может быть существенное расхождение между интенсивностями сигналов.
3. Интегральная величина сигнала сильно зависит от того, насколько качественно выполнена обработка спектра, в частности коррекция фазы и базовой линии.

Ответ: пропилацетат (90 %), н-пропанол (10 %).

Задание 7. Для соединения с брутто-формулой $C_{10}H_{10}O_2$ определить строение, основную таутомерную форму и ее долю (в %).

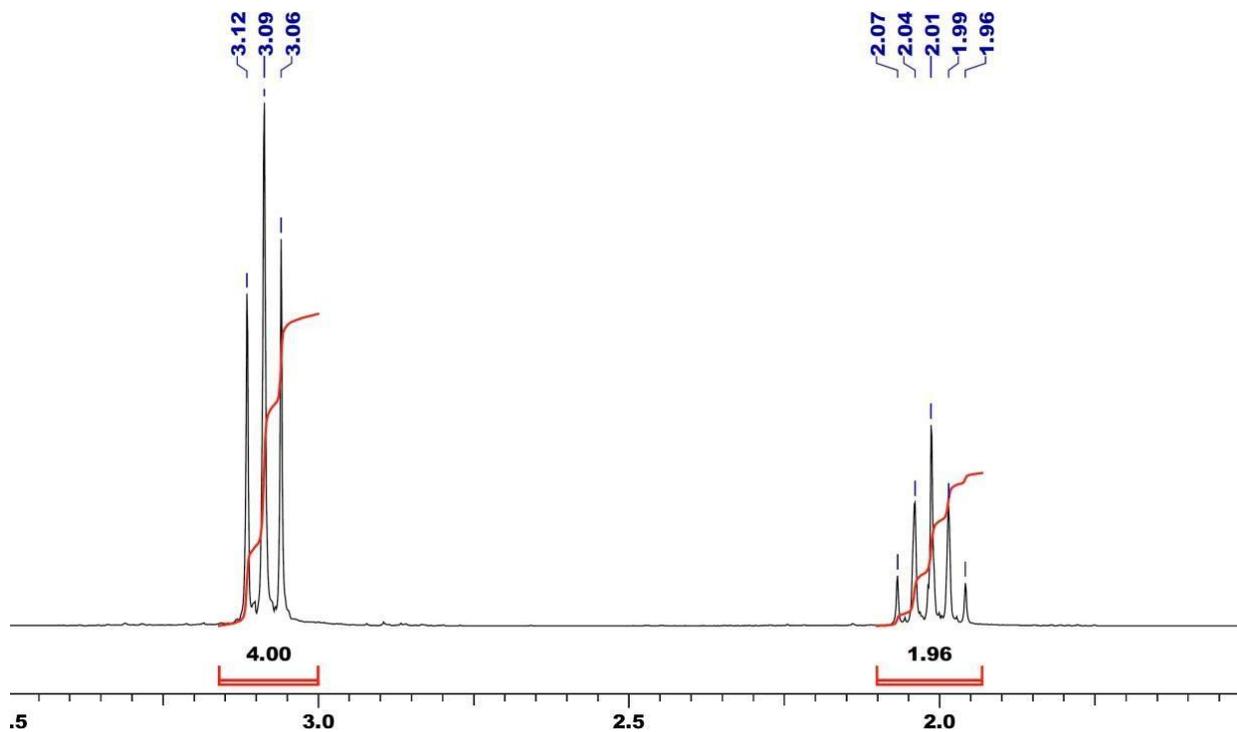


Задание 8. Определить строение соединения с брутто-формулой $C_{14}H_{14}OS$.

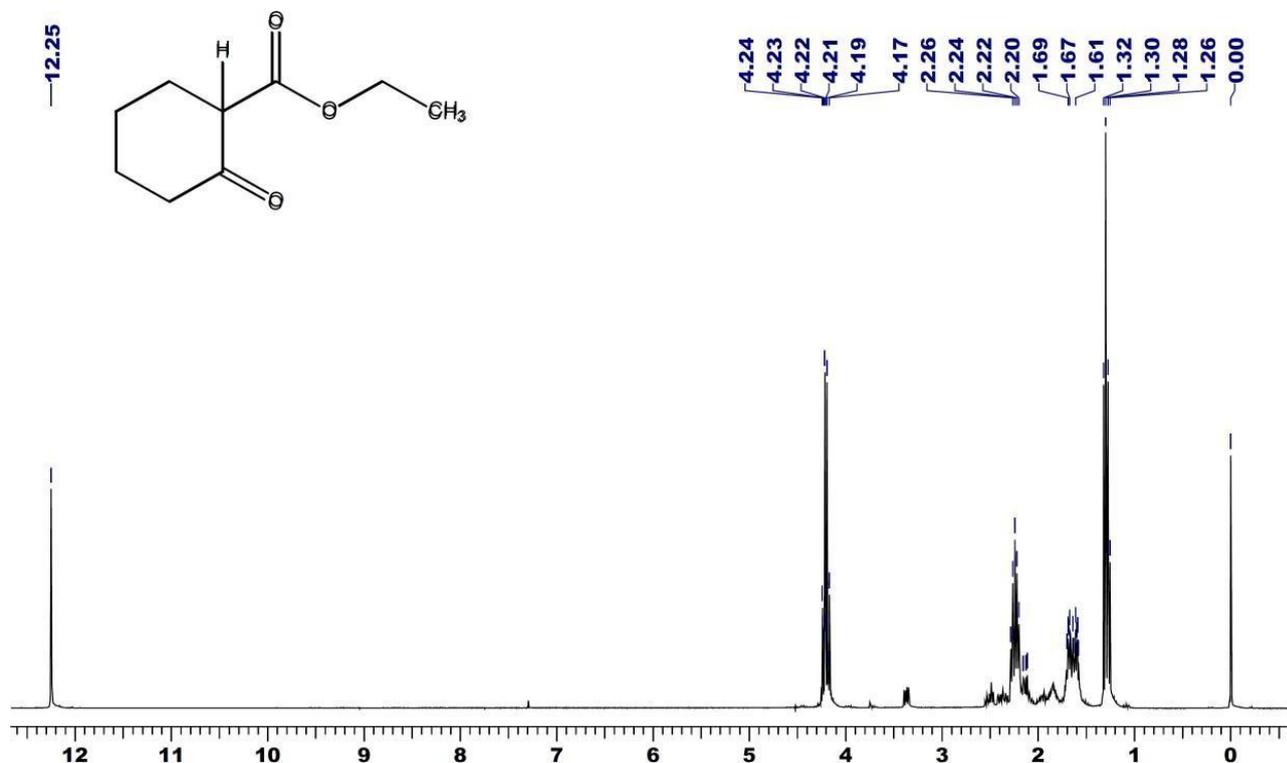


Примеры задач для коллективного решения в аудитории

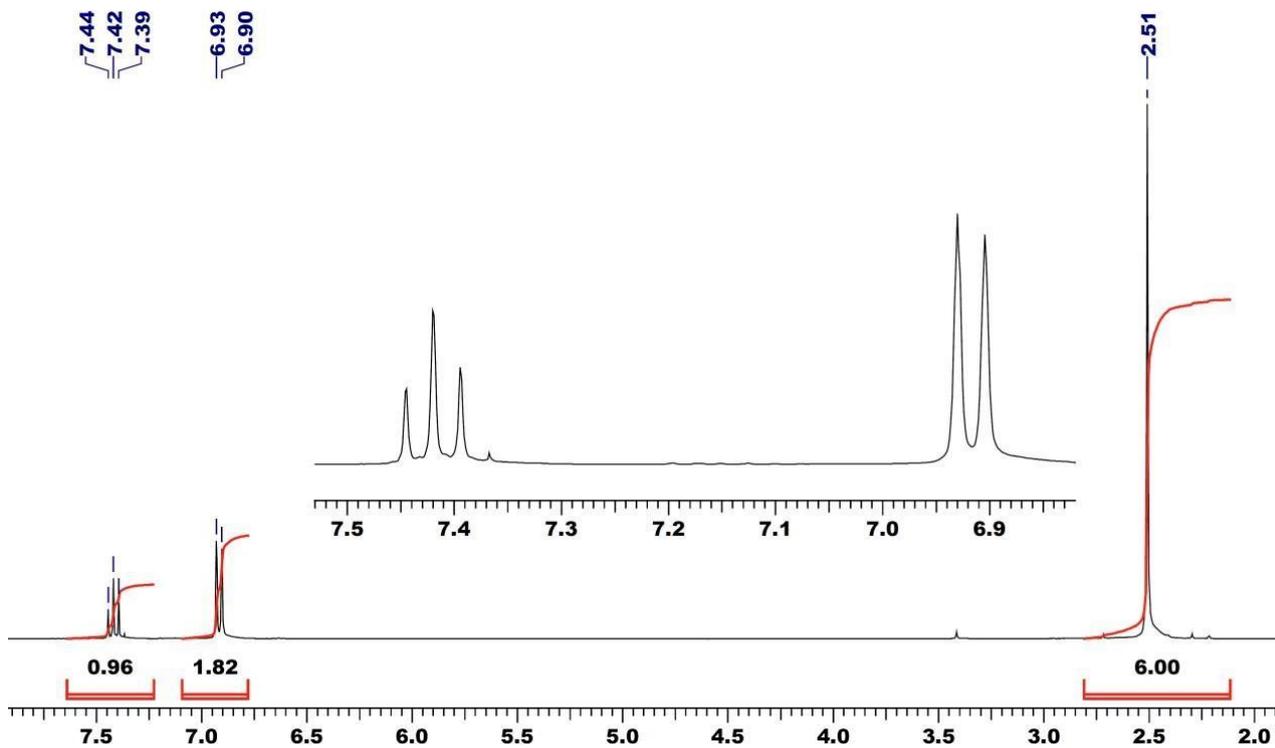
Задание 9. Определить строение соединения с брутто-формулой C_4H_6O .



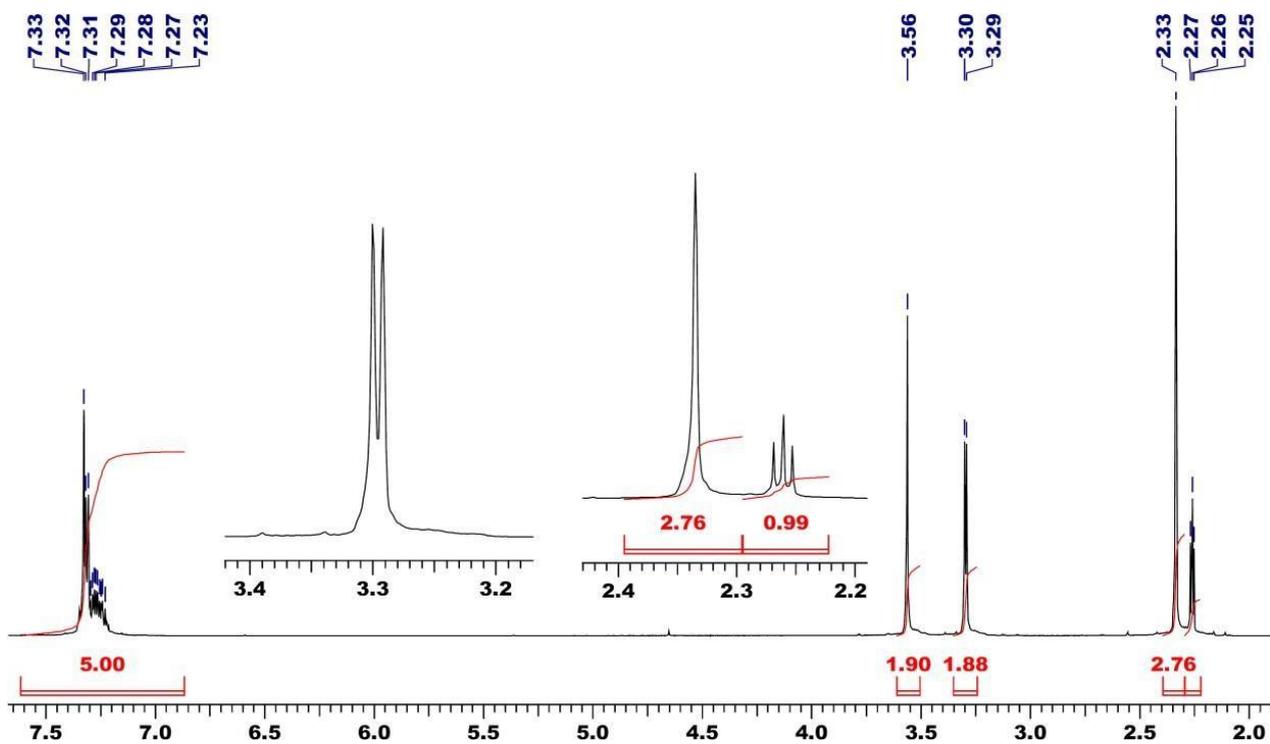
Задание 10. Объяснить спектр. Возможна ли енолизация данного кетона?



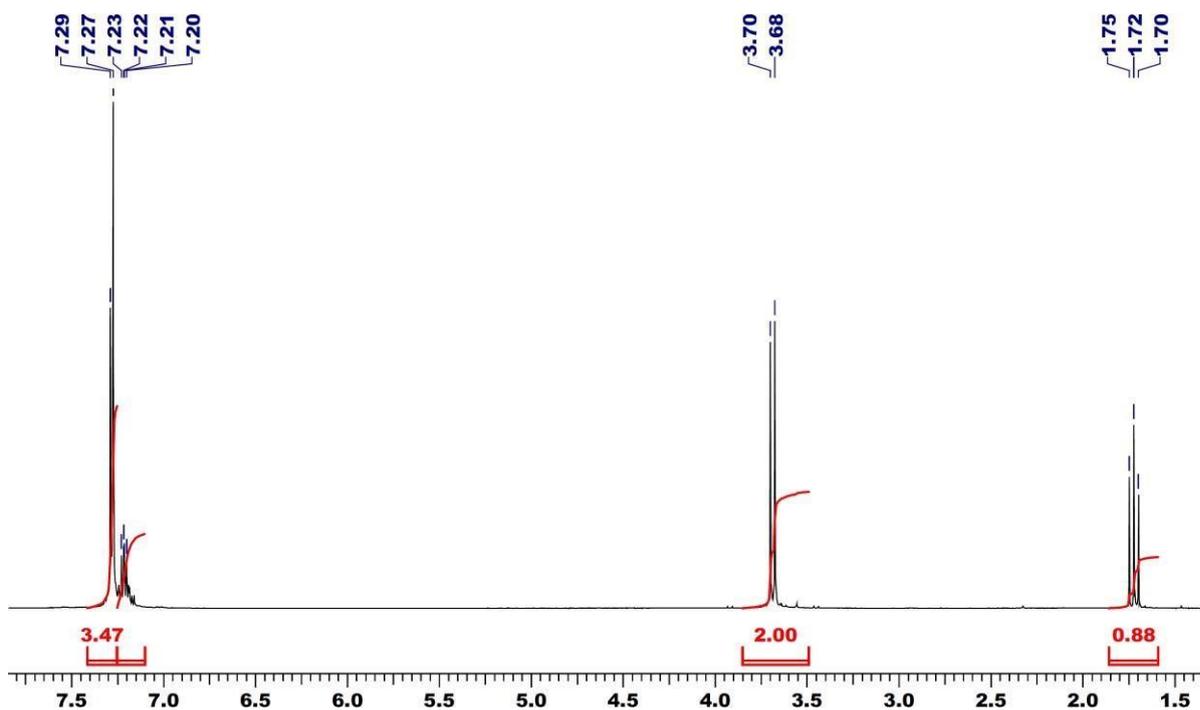
Задание 11. Определить строение соединения с брутто-формулой C_7H_9N .



Задание 12. Определить строение соединения с брутто-формулой $C_{11}H_{13}N$.

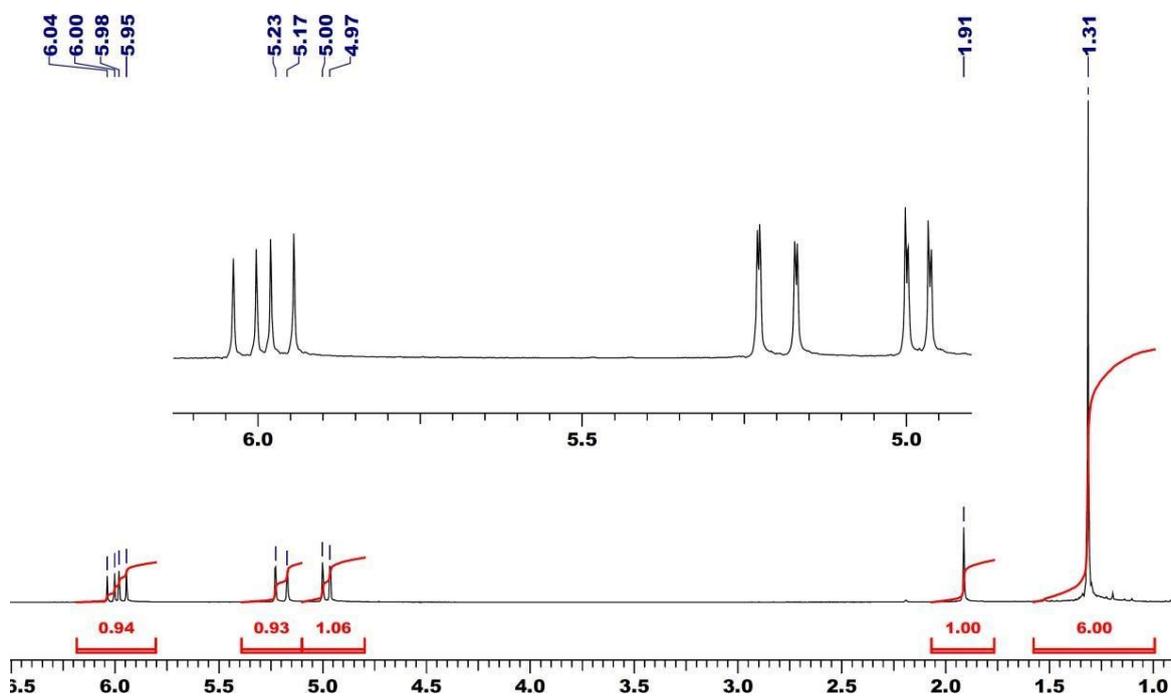


Задание 13. Определить строение соединения с брутто-формулой C_7H_8S .

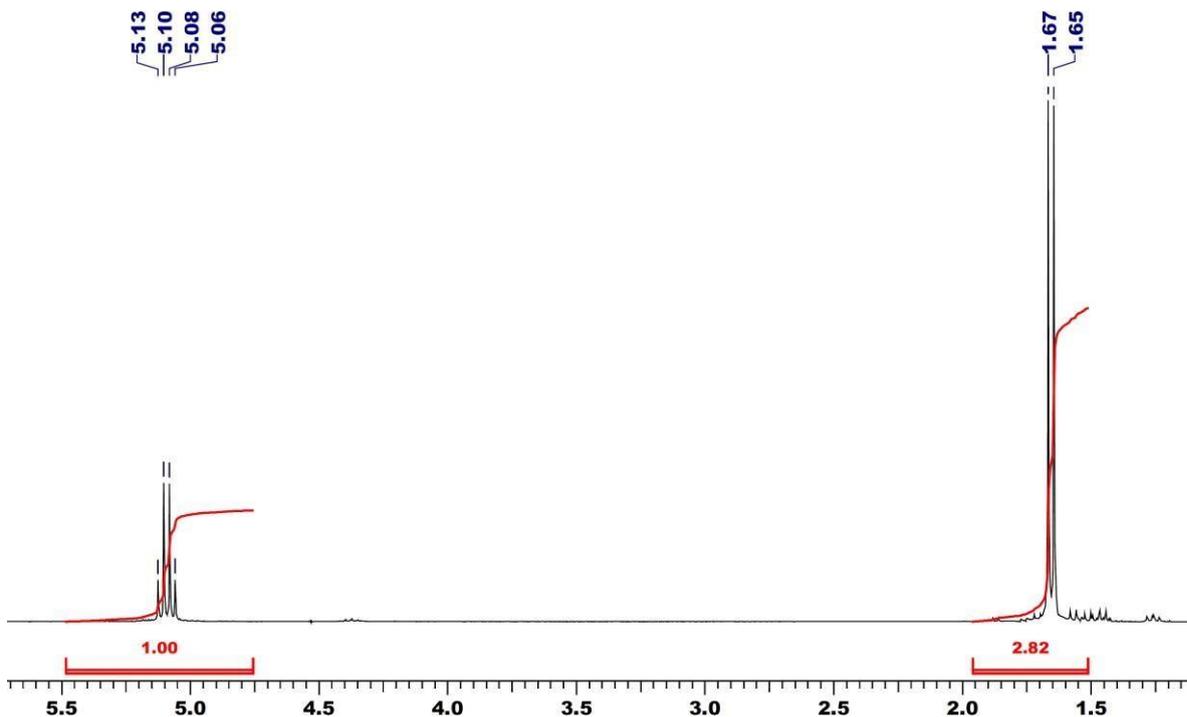


Примеры задач для самостоятельного решения

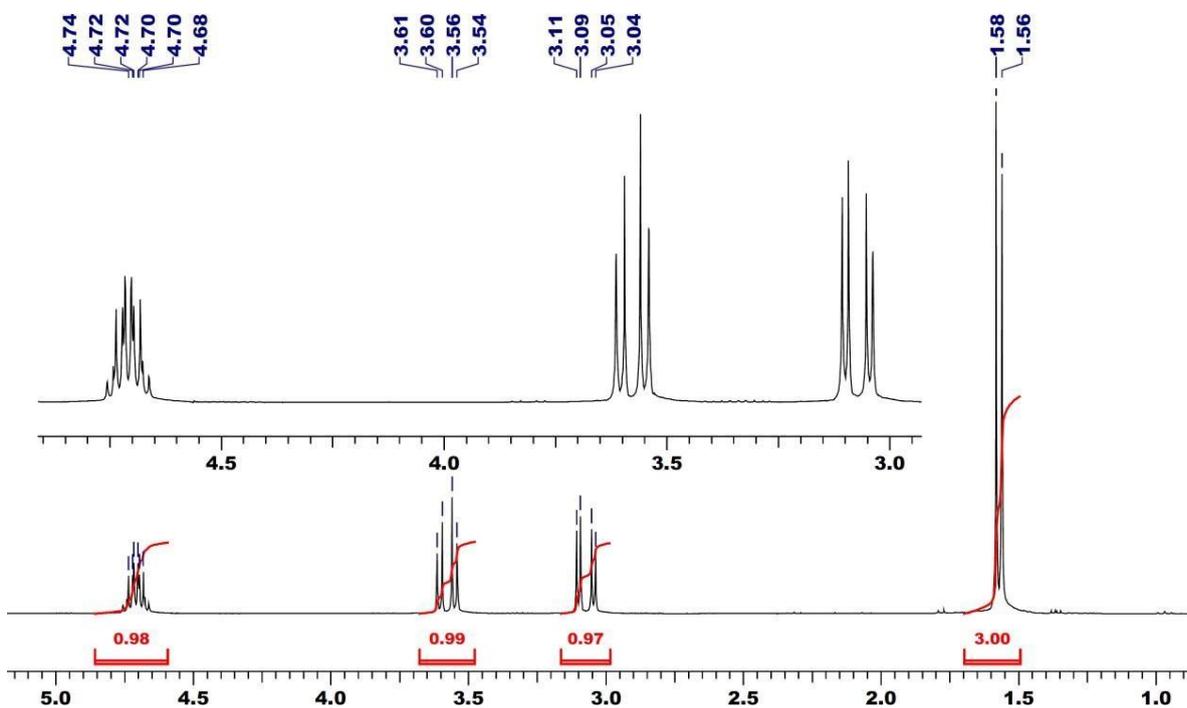
Задание 1. Определить строение соединения с брутто-формулой $C_5H_{10}O$.



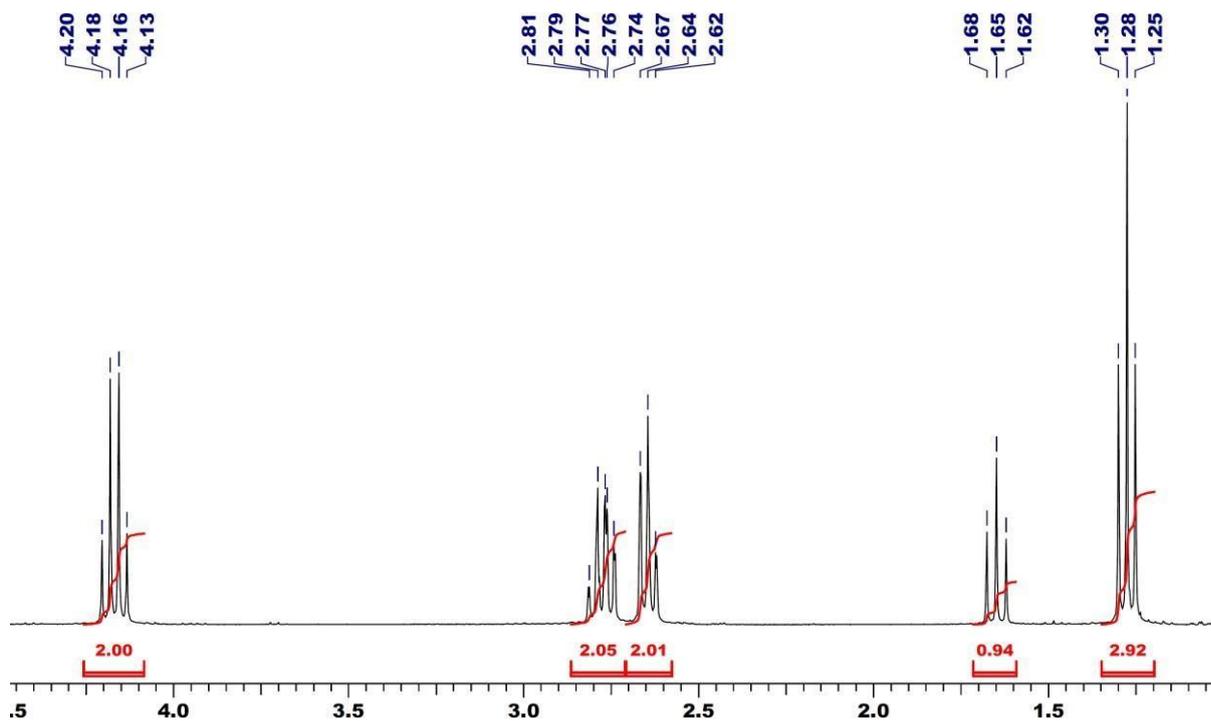
Задание 2. Определить строение соединения с брутто-формулой $C_6H_8O_4$.



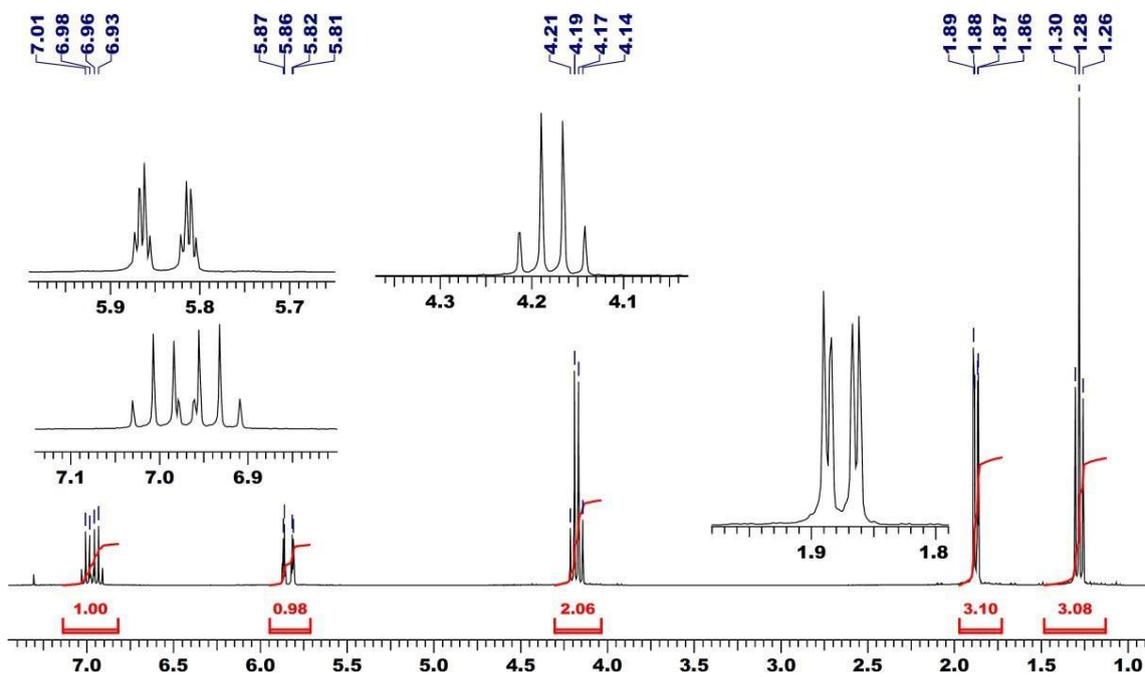
Задание 3. Определить строение соединения с брутто-формулой $C_4H_6O_2$.



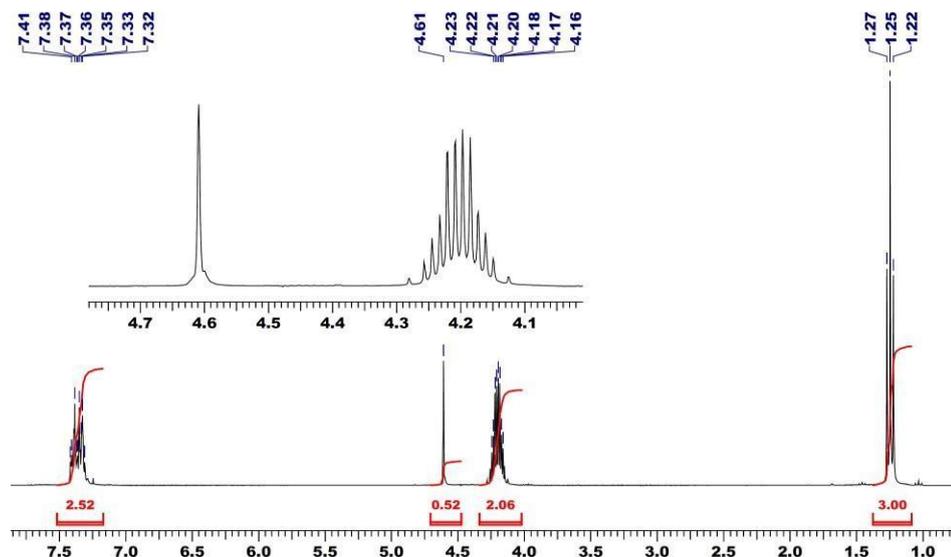
Задание 4. Определить строение соединения с брутто-формулой $C_5H_{10}O_2S$.



Задание 5. Определить строение соединения с брутто-формулой $C_6H_{10}O_2$.



Задание 6. Определить строение соединения с брутто-формулой $C_{13}H_{16}O_4$.



Промежуточная аттестация: экзамен.

2.1 Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации

Вопросы к экзамену по курсу «Физические методы исследований органических соединений»

1. Метод ЯМР, физические основы. ЯМР-изотопы.
2. Общие представления о спектре ЯМР. Виды спектров ЯМР.
3. Пробоподготовка в ЯМР. Достоинства и недостатки метода ЯМР. История метода. Метод ЭПР и его отличие от ЯМР.
4. Спектр ЯМР: интенсивности, шкала, частота, стандарты
5. Хим. сдвиги. Экранирование и дезэкранирование в спектрах.
6. Типы спектрометров (CW и Фурье). Растворители для ЯМР спектроскопии.
7. Спин-спиновое взаимодействие. Мультиплетность сигналов в спектрах. КССВ. Треугольник Паскаля для $I = 1$ и $1/2$
8. Погрешность интегрирования и факторы, от которых она зависит. Факторы, влияющие на значение химсдвига.
9. Химическая и магнитная эквивалентность. Примеры.
10. Номенклатура спиновых систем и их анализ.
11. Стандарты в 1H и ^{13}C ЯМР. Остаточные следы растворителей как стандарты.
12. Изотопные сателлиты.
13. Уравнение Карплуса-Конроя и альтернативные системы оценки диэдрального угла.
14. Отличие ^{13}C ЯМР и 1H ЯМР спектров.
15. ^{13}C ЯМР спектроскопия. Чувствительность метода, ядерный декаплинг. Методы DEPT и ART.
16. Двумерные методы спектроскопии. COSY, HSQC
17. Двумерные методы спектроскопии. HMBC.
18. Ядерный эффект Оверхаузера.
19. Константа спин-спинового взаимодействия, факторы, определяющие величину. Расчёт КССВ.
20. Зависимость химсдвигов от акцепторности заместителя в ароматическом кольце. Ароматические и антиароматические системы в спектрах

21. Основные положения ЭПР спектроскопии. G-фактор
23. Особенности регистрации и интерпретации ЭПР спектров.
24. Сигналы растворителей в спектрах. Дейтерированные растворители, свойства. Химсдвиги.
25. Спектры гомоядерной корреляции INADEQUATE

Пример экзаменационного билета:



ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет»
 Факультет химии и высоких технологий
 Кафедра органической химии и технологий
 Направление подготовки 04.04.01 – Химия
 Направленность (профиль) – Органическая химия
 20__-20__

Дисциплина «Физические методы исследований органических соединений»

Экзаменационный билет № 2

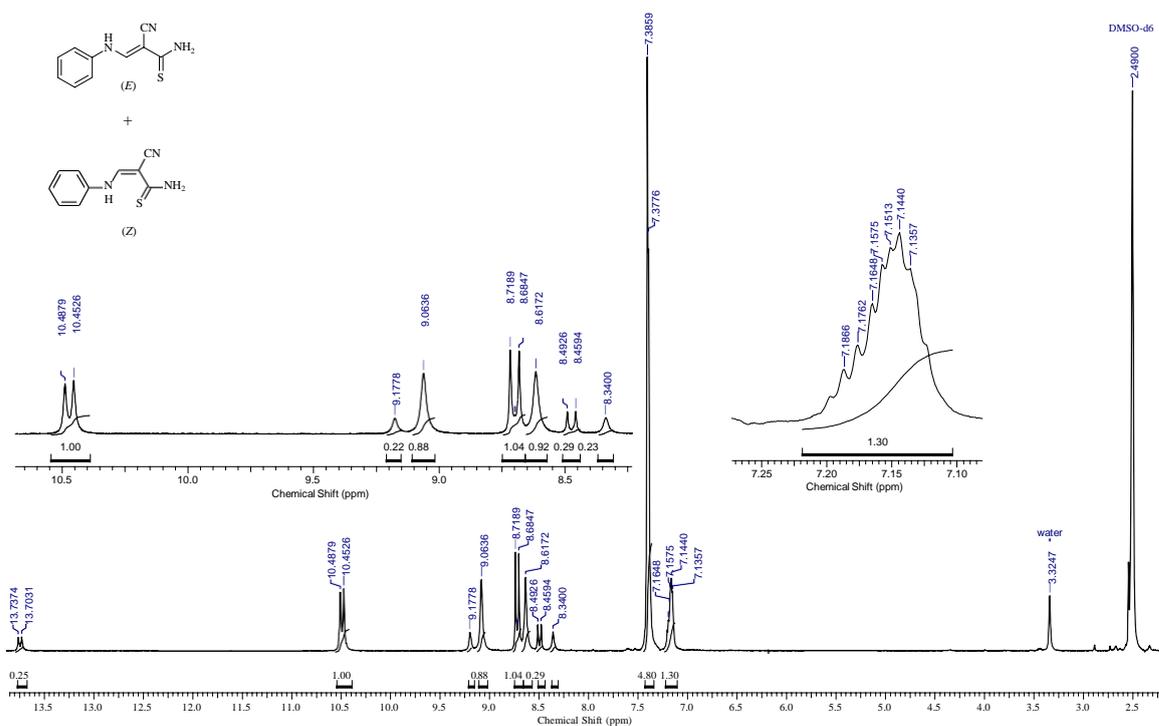
1. Спектр ЯМР: интенсивности, шкала, частота.
2. Стандарты в ^1H ЯМР.
3. Двумерные экспериментальные методы спектроскопии ^{13}C -ЯМР.

Заведующий кафедрой _____

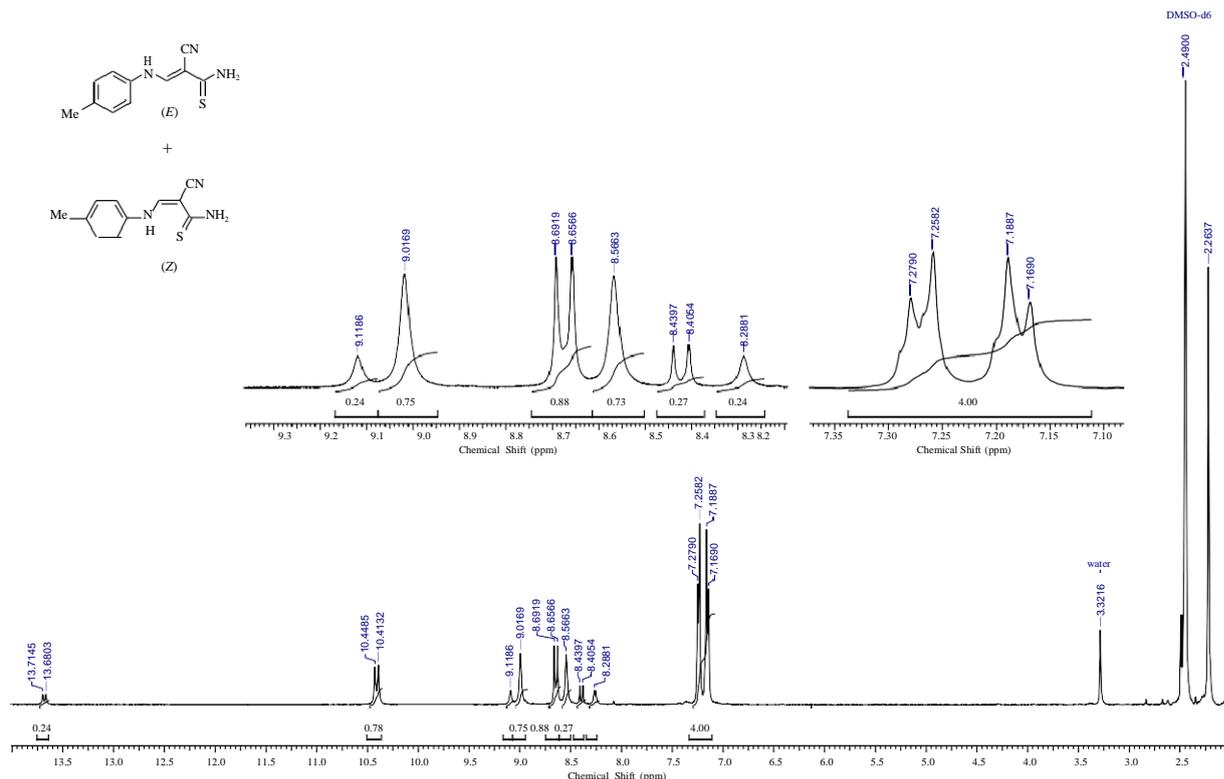
4.2.2. Примеры заданий к экзаменационным билетам.

Интерпретируйте сигналы в нижеприведенном спектре. Сделайте описание, укажите соотношение изомеров (E) и (Z).

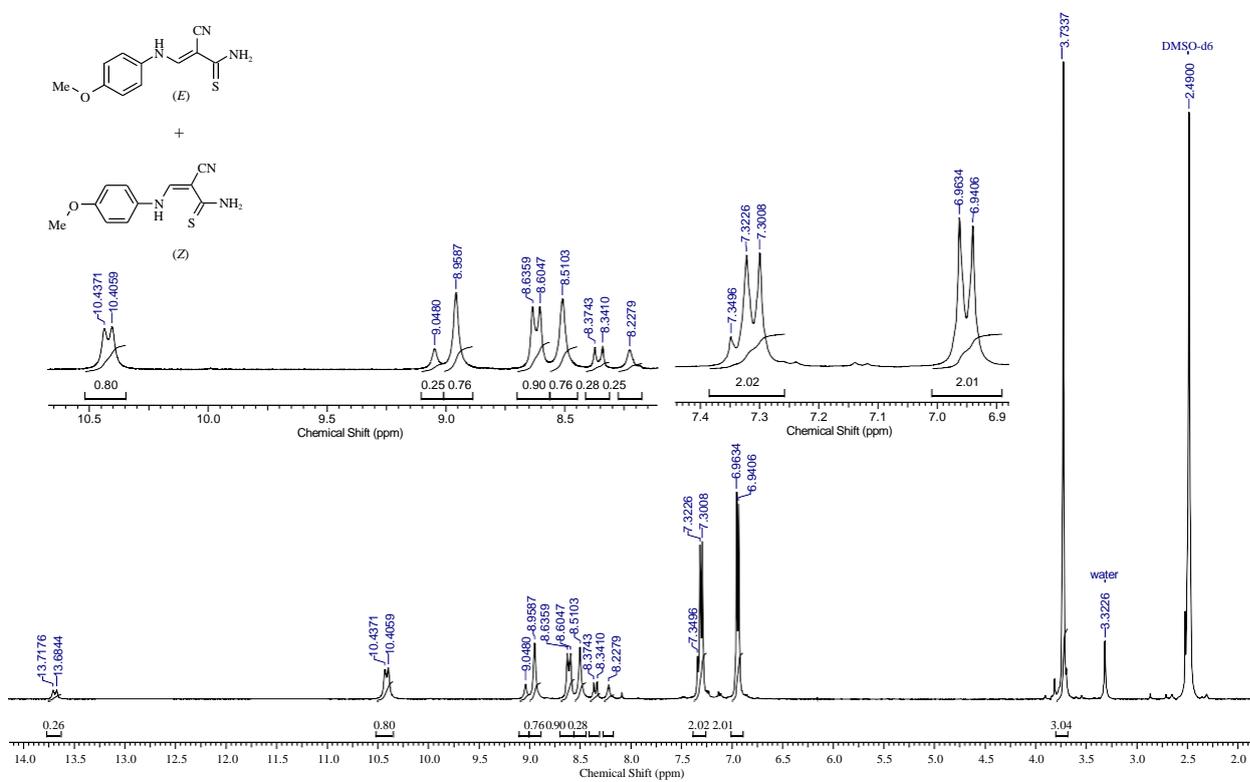
Спектр 1



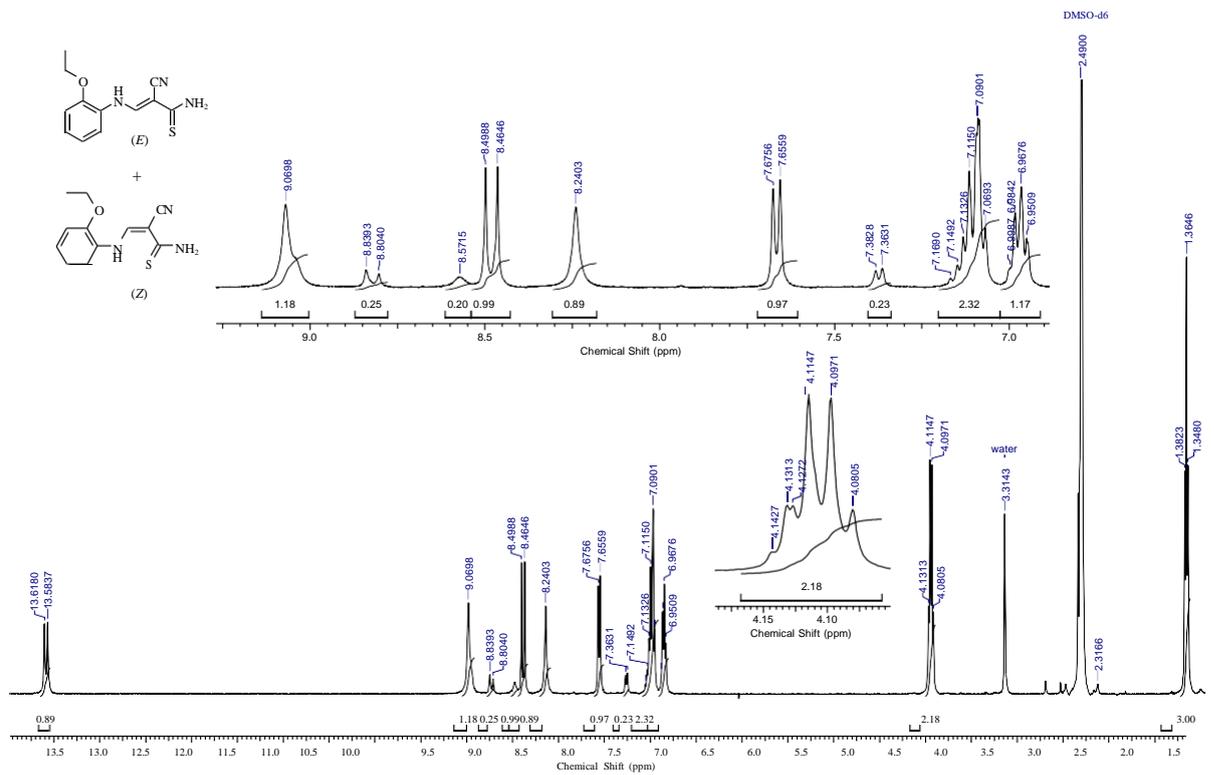
Спектр 2



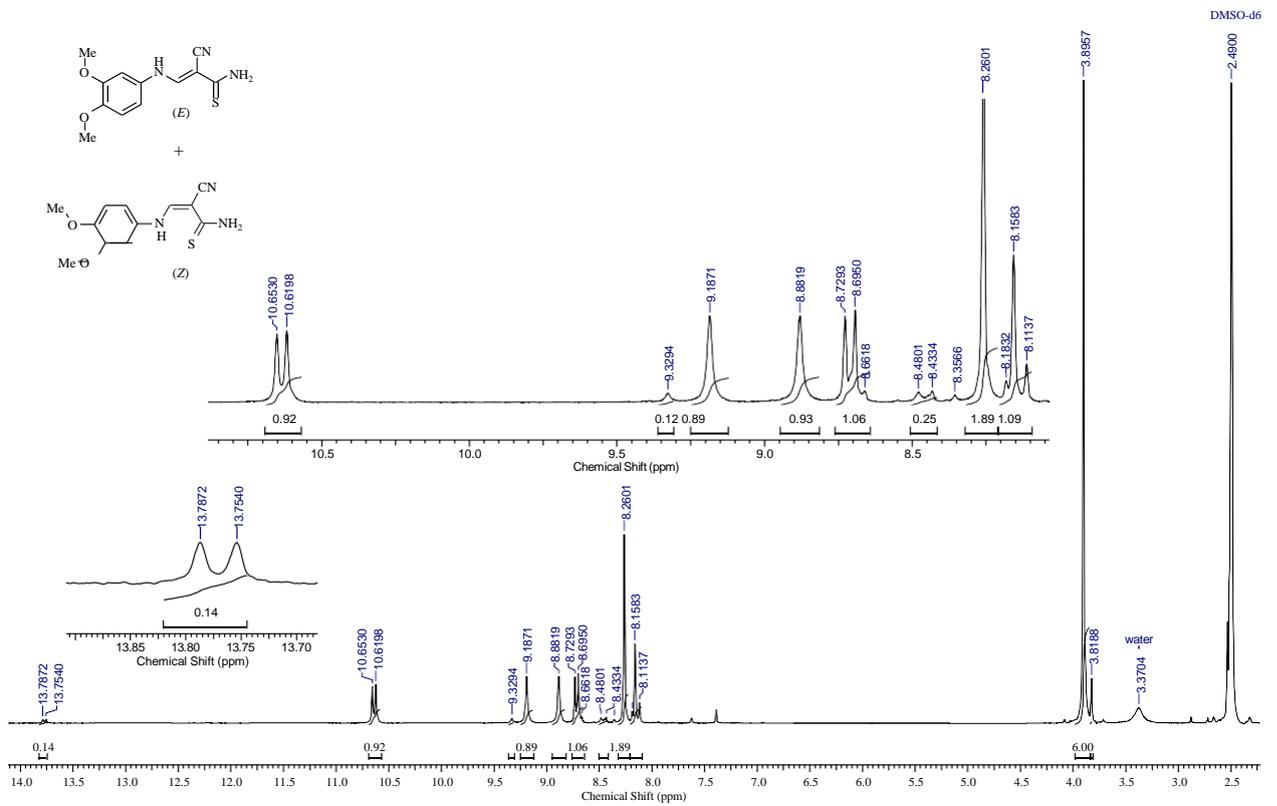
¹H ЯМР Спектр 3



¹H ЯМР спектр 4



¹H ЯМР спектр 5



4.2.3. Критерии оценивания

Критерии экзаменационной оценки	Оценка	Уровень
Студент свободно владеет теоретическим материалом, владеет навыками анализа и интерпретации спектральных данных и способен самостоятельно решить экзаменационную задачу.	«отлично»	повышенный (продвинутый) уровень
Студент хорошо владеет теоретическим материалом, знает базовые приемы анализа спектральных данных и имеет представление об особенностях регистрации и представления спектров радиоспектрального диапазона частот, способен справиться с экзаменационной задачей при незначительной помощи со стороны преподавателя.	«хорошо»	базовый уровень
Студент знает основные положения теории ядерного магнитного резонанса, однако плохо разбирается в специфических методах и особенностях интерпретации и представления того или иного вида спектров, с трудом справляется с экзаменационной задачей при существенной помощи со стороны преподавателя	«удовлетворительно»	пороговый уровень
Студент не способен решить экзаменационную задачу даже с помощью преподавателя и плохо владеет теоретическим материалом (наблюдаются существенные ошибки при обсуждении теоретических положений, а также при интерпретации или обсуждении представления спектральных результатов).	«неудовлетворительно»	менее 50%, уровень не сформирован

Оценочные средства для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья выбираются с учетом их индивидуальных психофизических особенностей.

- при необходимости инвалидам и лицам с ограниченными возможностями здоровья предоставляется дополнительное время для подготовки ответа на экзамене;
- при проведении процедуры оценивания результатов обучения инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья предусматривается использование технических средств, необходимых им в связи с их индивидуальными особенностями;
- при необходимости для обучающихся с ограниченными возможностями здоровья и инвалидов процедура оценивания результатов обучения по дисциплине может проводиться в несколько этапов.

5. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины (модуля)

5.1 Основная литература:

Основная:

1. Устынюк, Ю.А. Лекции по спектроскопии ядерного магнитного резонанса / Ю.А. Устынюк. - Москва : Техносфера, 2016. - Ч. 1. Вводный курс. - 292 с. : ил., табл., схем. -

(Мир химии). - Библиогр. в кн. - ISBN 978-5-94836-410-0 ; То же [Электронный ресурс]. - URL: <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=444862>

2. Устынюк, Юрий Александрович. Лекции по спектроскопии ядерного магнитного резонанса [Текст] . Ч. 1 (вводный курс) / Устынюк, Юрий Александрович ; Ю. А. Устынюк. - Москва : Техносфера, 2016. - 285 с.

Дополнительная:

1. Васильева, В.И. Спектральные методы анализа. Практическое руководство [Электронный ресурс] : учебное пособие / В.И. Васильева, О.Ф. Стоянова, И.В. Шкутина, С.И. Карпов ; под ред. Селеменова В.Ф., Семенова В.Н.. — Электрон. дан. — Санкт-Петербург : Лань, 2014. — 416 с. — Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/50168> . — Загл. с экрана.

2. Ядерный магнитный резонанс в структурных исследованиях [Текст] / В. Т. Панюшкин, Ю. Е. Черныш, В. А. Волынкин и др.; отв. ред. Р. З. Сагдеев. - Москва : URSS : [КРАСАНД], 2017. - 350 с.

3. Спектроскопия / Беккер, Юрген ; Ю. Беккер ; пер. с нем. Л. Н. Казанцевой под ред. А. А. Пупышева, М. В. Поляковой. - М.: Техносфера, 2009. - 527 с.

5.3. Периодические издания:

1. Журнал органической химии
2. Журнал общей химии
3. Журнал физической химии

6. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины (модуля)

1. Химическая энциклопедия_ http://www.chemport.ru/chemical_encyclopedia_article_834.html
2. И. Э. Нифантьев, П. В. Ивченко Практический курс спектроскопии ядерного магнитного резонанса. Методическая разработка. Москва 2006_ http://www.chem.msu.su/rus/teaching/nifantev/2006_praktikum.pdf
3. www.chem.wisc.edu/areas/reich/chem605/ сайт группы Ганса Райха, унт. Висконсина
4. Поисковая база спектральных данных органических веществ AIST (Spectral database for organic compounds, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology Japan): http://sdb.db.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/cre_index.cgi?lang=eng
5. Устынюк Юрий Александрович. Лекции._ <http://www.chem.msu.su/rus/teaching/ustyniuk-nmr-lectures/welcome.html>
6. Бельская Н.П., Ельцов О.С., Понизовский М.Г. Ядерный магнитный резонанс. Теория и практика. Часть 1. Екатеринбург: УрФУ, 2011. - 105 стр._ <http://www.twirpx.com/file/753376/>

7. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины

Успешное изучение дисциплины требует от студентов регулярного посещения лекций, а также активной работы на практических занятиях, выполнения тестовых проверочных работ, выполнения и защиты лабораторных работ, ознакомления с основной и дополнительной рекомендуемой литературой.

При подготовке к лекционному занятию студентам рекомендуется:

- 1) просмотреть записи предыдущей лекции и восстановить в памяти ранее изученный материал;
- 2) бегло просмотреть материал предстоящей лекции, с целью лучшего усвоения нового материала;
- 3) самостоятельно проработать отдельные фрагменты темы прошлой лекции, если это необходимо.

При конспектировании лекционного материала студентам нужно стремиться кратко, схематично, последовательно и логично фиксировать основные положения, выводы, обобщения и формулировки, не пытаясь записать весь преподаваемый материал слово в слово.

При подготовке к лабораторному занятию рекомендуется:

- 1) внимательно изучить материал предстоящей работы и составить план ее выполнения;
- 2) уделить повышенное внимание экспериментальным особенностям предстоящей работы;

При выполнении работы студентам необходимо отмечать те вопросы и разделы, которые вызывают у них затруднения. с целью последующей консультации у преподавателя. Каждый студент должен стремиться активно работать на лабораторных работах и успешно выполнять контрольные работы.

Самостоятельная работа наряду с аудиторной представляет одну из важнейших форм учебного процесса. Самостоятельная работа - это планируемая работа студентов, выполняемая по заданию и при методическом руководстве преподавателя, но без его непосредственного участия. Самостоятельная работа предназначена не только для овладения представленной дисциплиной, но и для формирования навыков работы вообще, в учебной, научной, профессиональной деятельности, способности принимать на себя ответственность, самостоятельно решать возникающие проблемы, находить правильные решения и т.д.

Самостоятельная работа студентов

№	Вид СРС	Организация деятельности студента Форма контроля
1	2	3
1.	Изучение теоретического материала	Работа с конспектом лекций, а также с рекомендуемой основной и дополнительной литературой по заданной теме, ознакомление с периодическими изданиями и ресурсами сети Интернет. Форма контроля – устный опрос, контрольная работа.
2.	Решение задач	Изучение материала, необходимого для успешного решения задач, а также непосредственное их выполнение. Форма контроля – устный опрос, решение задач.
3.	Подготовка к текущему контролю	Изучение теоретического материала, необходимого для успешного решения задач, выполнения контрольных работ и других видов текущего контроля.

В освоении дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья большое значение имеет индивидуальная учебная работа (консультации) – дополнительное разъяснение учебного материала.

Индивидуальные консультации по предмету являются важным фактором, способствующим индивидуализации обучения и установлению воспитательного контакта между преподавателем и обучающимся инвалидом или лицом с ограниченными возможностями здоровья.

8. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине (модулю) (при необходимости)

8.1 Перечень информационных технологий

1. Использование электронных презентаций при проведении лекционных занятий.
2. Проверка самостоятельно решенных задач и консультирование посредством электронной почты.

8.2 Перечень необходимого программного обеспечения

Для обучения необходимы:

1. Пакет Microsoft Office (Microsoft Word, PowerPoint)
2. Редактор химических формул ChemSketch из программного пакета ACD Labs (в свободном доступе <https://www.acdlabs.com/resources/freeware/chemsketch/>)
3. Редактор химических формул BioNova Draw (в свободном доступе <http://accelrys.com/products/collaborative-science/biovia-draw/draw-no-fee.php>)
4. Спектр-менеджер Spectragryph <https://www.ffmpeg2.de/spectragryph/> (в свободном доступе)

8.3 Перечень информационных справочных систем:

1. Научная электронная библиотека (<http://www.elibrary.ru>).
2. Электронная библиотечная система издательства «Лань» (<http://e.lanbook.com>).
3. Электронная библиотечная система «Юрайт» (<http://www.biblio-online.ru>).
4. Научная электронная библиотека «КиберЛенинка» (<http://cyberleninka.ru>).
5. Электронная библиотечная система «Университетская библиотека ONLINE» (www.biblioclub.ru).
6. Электронная библиотека НБ КубГУ <http://212.192.134.46/MegaPro/Web>

9. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине (модулю)

Для проведения занятий по дисциплине «Физические методы исследования органических соединений», предусмотренной учебным планом подготовки магистров, имеется необходимая материально-техническая база, соответствующая действующим санитарным и противопожарным правилам и нормам:

№	Вид работ	Материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля) и оснащенность
1.	Лекционные занятия	Учебная аудитория для проведения занятий лекционного типа – ауд. 406с, ул. Ставропольская, 149 Комплект учебной мебели, меловая доска, переносное мультимедийное оборудование
2.	Семинарские занятия	Семинары не предусмотрены учебным планом.

3.	Лабораторные занятия	Учебная аудитория для проведения занятий лабораторного типа – ауд. 410с, 350040 г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149. Учебная лаборатория, укомплектованная специализированной мебелью, вытяжной системой вентиляции, меловой доской, средствами пожарной безопасности и оказания первой медицинской помощи, лабораторным оборудованием
4.	Курсовое проектирование	Курсовая работа не предусмотрена учебным планом.
5.	Групповые (индивидуальные) консультации	Аудитория для проведения групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации – ауд. 126с, 234с, 322с, 425с, 416с, 350040 г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149. Комплект учебной мебели, меловая доска, переносное мультимедийное оборудование.
6.	Текущий контроль, промежуточная аттестация	Аудитория для проведения групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации – ауд. 126с, 234с, 322с, 425с, 416с, 350040 г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149. Комплект учебной мебели, меловая доска, переносное мультимедийное оборудование.
7.	Самостоятельная работа	Помещение для самостоятельной работы – ауд. 401с, 350040 г. Краснодар, 350040 г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149. Компьютерная техника с подключением к сети «Интернет», программой экранного увеличения и доступом в электронную информационно-образовательную среду университета.