

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования  
"Казанский (Приволжский) федеральный университет"  
Химический институт им. А.М. Бутлерова



УТВЕРЖДАЮ

Проректор по образовательной деятельности КФУ

Проф. Д.А. Гаурский

(ДО КФУ)

» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

подписано электронно-цифровой подписью

### Программа дисциплины

Спецпрактикум: Спектральные методы исследования мономеров Б1.В.ОД.12

Специальность: 04.05.01 - Фундаментальная и прикладная химия

Специализация: Химия элементоорганических соединений

Квалификация выпускника: Химик. Преподаватель химии

Форма обучения: очное

Язык обучения: русский

**Автор(ы):**

Ивкова Г.А., Собанов Александр Антонович

**Рецензент(ы):**

Курамшин А.И.

**СОГЛАСОВАНО:**

Заведующий(ая) кафедрой: Галкин В. И.

Протокол заседания кафедры No \_\_\_\_\_ от "\_\_\_\_\_" \_\_\_\_\_ 201\_\_ г

Учебно-методическая комиссия Химического института им. А.М. Бутлерова:

Протокол заседания УМК No \_\_\_\_\_ от "\_\_\_\_\_" \_\_\_\_\_ 201\_\_ г

Регистрационный No 79819

Казань  
2019

## Содержание

1. Цели освоения дисциплины
2. Место дисциплины в структуре основной образовательной программы
3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины /модуля
4. Структура и содержание дисциплины/ модуля
5. Образовательные технологии, включая интерактивные формы обучения
6. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины и учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов
7. Литература
8. Интернет-ресурсы
9. Материально-техническое обеспечение дисциплины/модуля согласно утвержденному учебному плану

Программу дисциплины разработал(а)(и) научный сотрудник, к.н. (доцент) Ивкова Г.А. Отдел химии элементоорганических соединений Химический институт им. А.М. Бутлерова, Gulnara.Khlopushina@kpfu.ru ; Собанов Александр Антонович

### 1. Цели освоения дисциплины

Обучение студентов физическим методам установления строения, структуры и реакционной способности органических соединений,

### 2. Место дисциплины в структуре основной образовательной программы высшего профессионального образования

Данная учебная дисциплина включена в раздел "Б1.В.ОД.12 Дисциплины (модули)" основной образовательной программы 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия и относится к обязательным дисциплинам. Осваивается на 4 курсе, 8 семестр.

Дисциплина относится к вариативной части блока дисциплин Б1.

Физические методы исследования являются основным инструментом в руках химика, позволяющим получить информацию о строении вещества и протекающих химических процессах. Дисциплина преподаётся на завершающих стадиях обучения, когда получены основные знания по разделам аналитической, физической и органической химии, математики и физики.

### 3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины /модуля

В результате освоения дисциплины формируются следующие компетенции:

Шифр компетенции	Расшифровка приобретаемой компетенции
ОК-7 (общекультурные компетенции)	готовностью к саморазвитию, самореализации, использованию творческого потенциала
ОПК-1 (профессиональные компетенции)	способностью воспринимать, развивать и использовать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач
ОПК-2 (профессиональные компетенции)	владением навыками химического эксперимента, синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций
ОПК-3 (профессиональные компетенции)	способностью использовать основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности
ОПК-6 (профессиональные компетенции)	владением нормами техники безопасности и умение реализовать их в лабораторных и технологических условиях
ПК-3 (профессиональные компетенции)	владением системой фундаментальных химических понятий и методологических аспектов химии, формами и методами научного познания
ПК-5 (профессиональные компетенции)	способностью приобретать новые знания с использованием современных научных методов и владение ими на уровне, необходимом для решения задач, имеющих естественнонаучное содержание и возникающих при выполнении профессиональных функций

Шифр компетенции	Расшифровка приобретаемой компетенции
ПСК-1	способностью использовать основные закономерности химической науки и фундаментальные химические понятия в профессиональной деятельности в соответствии с выбранной специализацией
ПСК-2	владением навыками химического эксперимента, основными методами получения и исследования химических веществ, используемыми в профессиональной деятельности в соответствии с выбранной специализацией

В результате освоения дисциплины студент:

1. должен знать:

основу и методологию основных физических методов исследования 1 органических соединений

2. должен уметь:

применять на практике изученные методы исследования \_

3. должен владеть:

навыками работы на общепринятых спектральных приборах

4. должен демонстрировать способность и готовность:

комплексного применения методов анализа при исследовании мономеров; владения приемами специальных методов регистрации и обработки результатов химических экспериментов

#### 4. Структура и содержание дисциплины/ модуля

Общая трудоемкость дисциплины составляет 4 зачетных(ые) единиц(ы) 144 часа(ов).

Форма промежуточного контроля дисциплины: зачет в 8 семестре.

Суммарно по дисциплине можно получить 100 баллов, из них текущая работа оценивается в 50 баллов, итоговая форма контроля - в 50 баллов. Минимальное количество для допуска к зачету 28 баллов.

86 баллов и более - "отлично" (отл.);

71-85 баллов - "хорошо" (хор.);

55-70 баллов - "удовлетворительно" (удов.);

54 балла и менее - "неудовлетворительно" (неуд.).

#### 4.1 Структура и содержание аудиторной работы по дисциплине/ модулю

##### Тематический план дисциплины/модуля

N	Раздел Дисциплины/ Модуля	Семестр	Неделя семестра	Виды и часы аудиторной работы, их трудоемкость (в часах)			Текущие формы контроля
				Лекции	Практические занятия	Лабораторные работы	
1.	Тема 1. Спектрофотометрия. Общие условия фотометрического определения веществ. Законы поглощения света. Оптические свойства окрашенных						

соединений в растворах

8	1	0	2	0	Коллоквиум
---	---	---	---	---	------------

N	Раздел Дисциплины/ Модуля	Семестр	Неделя семестра	Виды и часы аудиторной работы, их трудоемкость (в часах)			Текущие формы контроля
				Лекции	Практические занятия	Лабораторные работы	
2.	Тема 2. Методы анализа. Приборы. Работа на приборе.	8	2	0	0	4	Отчет
3.	Тема 3. Построение калибровочных графиков. Определение количества вещества в смеси.	8	3	0	0	4	Отчет
4.	Тема 4. Ультрафиолетовая спектроскопия. Природа полос в УФ-спектрах, их связь со строением молекул. Спектральные характеристики основных классов органических соединений.	8	4	0	2	0	Коллоквиум
5.	Тема 5. Характеристики спектральной полосы. Устройство спектрофотометра. Кюветы, выбор растворителя. Знакомство с прибором.	8	5	0	0	4	Отчет
6.	Тема 6. Приготовление растворов. Запись спектра.	8	6	0	0	4	Отчет
7.	Тема 7. Количественные исследования с помощью УФ-спектроскопии.	8	7	0	0	4	Отчет
8.	Тема 8. Ядерный магнитный резонанс. Теория метода, аппаратура и приготовление образцов.	8	8	0	2	0	Коллоквиум

N	Раздел Дисциплины/ Модуля	Семестр	Неделя семестра	Виды и часы аудиторной работы, их трудоемкость (в часах)			Текущие формы контроля
				Лекции	Практические занятия	Лабораторные работы	
9.	Тема 9. Шкала химических сдвигов. Спин-спиновое взаимодействие. Взаимодействие протонов с другими ядрами. Спиновые системы. Подавление спин-спинового взаимодействия. Спектроскопия на ядрах <sup>1</sup> H и <sup>31</sup> P.	8	9	0	0	4	Реферат
10.	Тема 10. Знакомство с программами обработки спектральных данных.	8	10	0	0	4	
11.	Тема 11. Приготовление образца. Получение спектра ЯМР <sup>31</sup> P в электронном виде. Обработка спектральных данных на ПЭВМ.	8	11	0	0	4	Отчет
12.	Тема 12. Приготовление образца. Получение спектра ПМР в электронном виде. Обработка данных на ПЭВМ.	8	12	0	0	4	Отчет
13.	Тема 13. Инфракрасная спектроскопия. Механизм возникновения спектров, типы колебаний, составные частоты, обертона, характеристические частоты. Характеристика инфракрасной полосы поглощения.	8	13	0	2	0	Устный опрос

N	Раздел Дисциплины/ Модуля	Семестр	Неделя семестра	Виды и часы аудиторной работы, их трудоемкость (в часах)			Текущие формы контроля
				Лекции	Практические занятия	Лабораторные работы	
14.	Тема 14. Применение и возможности ИК-спектроскопии. Качественный и количественный анализ (методы расчета в количественном анализе). Способы приготовления образцов.	8	14	0	0	4	Реферат
15.	Тема 15. Принципиальные схемы приборов. Знакомство с прибором. Специальные методы исследования: МНПВО, приставки диффузного отражения.	8	15	0	0	4	Реферат
16.	Тема 16. Знакомство с программами обработки спектральных данных.	8	16	0	0	4	
17.	Тема 17. Съёмка спектра вещества и установление строения по данным спектра и молекулярной массе.	8	17	0	0	4	Отчет
18.	Тема 18. Определение энтальпии образования водородной связи в ассоциате фенол ? фосфорильное соединение	8	18	0	0	4	Отчет
	Тема . Итоговая форма контроля	8		0	0	0	Зачет
	Итого			0	8	56	

#### 4.2 Содержание дисциплины

**Тема 1. Спектрофотометрия. Общие условия фотометрического определения веществ. Законы поглощения света. Оптические свойства окрашенных соединений в растворах**  
**практическое занятие (2 часа(ов)):**

Общие условия фотометрического определения веществ. Законы поглощения света.  
Оптические свойства окрашенных соединений в растворах

**Тема 2. Методы анализа. Приборы. Работа на приборе.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Знакомство с прибором (Specol, ФЭК-56М), знакомство с устройством и назначением приставок, пробные съёмки спектра.

**Тема 3. Построение калибровочных графиков. Определение количества вещества в смеси.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Съёмка спектра вещества (например салицилового альдегида), приготовление серии растворов различной концентрации, съёмка спектров и построение калибровочной зависимости (значение оптической плотности в максимуме поглощения от концентрации), определение концентрации раствора вещества (салицилового альдегида), выданного преподавателем.

**Тема 4. Ультрафиолетовая спектроскопия. Природа полос в УФ-спектрах, их связь со строением молекул. Спектральные характеристики основных классов органических соединений.**

**практическое занятие (2 часа(ов)):**

Природа полос в УФ-спектрах, их связь со строением молекул. Спектральные характеристики основных классов органических соединений.

**Тема 5. Характеристики спектральной полосы. Устройство спектрофотометра. Кюветы, выбор растворителя. Знакомство с прибором.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Ознакомиться с устройством и принципом работы УФ-спектрометра Спектрофотометр UV 3600 (Шимадзу), Lambda 35 (ПеркинЭльмер). Изучение программы, управляющей записью спектра и обработкой.

**Тема 6. Приготовление растворов. Запись спектра.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Приготовить раствор, записать спектр вещества, Определить максимумы полос поглощения, объяснить происхождение. Сделать надписи на спектре, перенести результаты в Word, описать спектр.

**Тема 7. Количественные исследования с помощью УФ-спектроскопии.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Приготовить растворы веществ (по указанию преподавателя). Записать спектры, определить максимумы полос поглощения. Провести кинетические исследования - записать изменение оптической плотности полосы поглощения во времени при добавлении второго вещества. С помощью программы Excel рассчитать константу скорости реакции.

**Тема 8. Ядерный магнитный резонанс. Теория метода, аппаратура и приготовление образцов.**

**практическое занятие (2 часа(ов)):**

Теоретические основы метода ЯМР, происхождение спектра, методики наблюдения, типы приборов. Экранирование. Химический сдвиг. Области химических сдвигов протонов в зависимости от окружения.

**Тема 9. Шкала химических сдвигов. Спин-спиновое взаимодействие. Взаимодействие протонов с другими ядрами. Спиновые системы. Подавление спин-спинового взаимодействия. Спектроскопия на ядрах  $^1\text{H}$  и  $^{31}\text{P}$ .**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Спин-спиновое взаимодействие. Взаимодействие протонов с другими ядрами. Спиновые системы. Подавление спин-спинового взаимодействия. Спектроскопия на ядрах  $^1\text{H}$  и  $^{31}\text{P}$ .

**Тема 10. Знакомство с программами обработки спектральных данных.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Отчет о работе по освоению программного комплекса MestReNova, определение и расчёт параметров спектра.

**Тема 11. Приготовление образца. Получение спектра ЯМР  $^{31}\text{P}$  в электронном виде. Обработка спектральных данных на ПЭВМ.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Приготовить раствор образца необходимой концентрации для регистрации ЯМР спектра  $^1\text{H}$ , регистрация спектра, его расшифровка с помощью программы, перевод спектра в Word, его описание.

**Тема 12. Приготовление образца. Получение спектра ПМР в электронном виде. Обработка данных на ПЭВМ.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Приготовить спектр образца. Получить спектр в электронном виде, произвести обработку данных, расшифровать спектр, перевести в Word, сделать описание.

**Тема 13. Инфракрасная спектроскопия. Механизм возникновения спектров, типы колебаний, составные частоты, обертона, характеристические частоты. Характеристика инфракрасной полосы поглощения.**

**практическое занятие (2 часа(ов)):**

Инфракрасная спектроскопия. Механизм возникновения спектров, типы колебаний, составные частоты, обертона, характеристические частоты. Активные и неактивные колебания. Типы приборов (одно-, двухлучевые приборы, ИК-Фурье спектроскопия). Характеристика инфракрасной полосы поглощения. Обработка спектров.

**Тема 14. Применение и возможности ИК-спектроскопии. Качественный и количественный анализ (методы расчета в количественном анализе). Способы приготовления образцов.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Области применения инфракрасной спектроскопии. Качественный и количественный анализ. Методики съёмки спектров, приготовление образцов. Подготовка реферата по теме "Характеристические частоты в колебательных спектрах органических и элементоорганических соединений" (в соответствии с классом соединений - каждому обучаемому)

**Тема 15. Принципиальные схемы приборов. Знакомство с прибором. Специальные методы исследования: МНПВО, приставки диффузного отражения.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Знакомство с ИК-Фурье спектрометром IRPrestige-21. Знакомство с назначением и работой приставок МНПВО и диффузного отражения.

**Тема 16. Знакомство с программами обработки спектральных данных.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Освоение программы обработки спектральных данных IRsolution.

**Тема 17. Съёмка спектра вещества и установление строения по данным спектра и молекулярной массе.**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Записать спектр вещества, определить параметры полос, перевести спектр в Word, сделать отнесение полос. Имея значение молекулярной массы установить строение вещества.

**Тема 18. Определение энтальпии образования водородной связи в ассоциате фенол ? фосфорильное соединение**

**лабораторная работа (4 часа(ов)):**

Приготовить растворы диметилфосфита (или другого электронодонора) и фенола. Записать спектры исходных растворов и раствора смеси соединений. По величине сдвига полосы валентных колебаний гидроксильной группы фенола оценить величину энтальпии водородной связи.

**4.3 Структура и содержание самостоятельной работы дисциплины (модуля)**

N	Раздел Дисциплины	Семестр	Неделя семестра	Виды самостоятельной работы студентов	Трудоемкость (в часах)	Формы контроля самостоятельной работы
1.	Тема 1. Спектрофотометрия. Общие условия фотометрического определения веществ. Законы поглощения света. Оптические свойства окрашенных соединений в растворах	8	1	подготовка к коллоквиуму	4	коллоквиум
2.	Тема 2. Методы анализа. Приборы. Работа на приборе.	8	2	подготовка к отчету	4	отчет
3.	Тема 3. Построение калибровочных графиков. Определение количества вещества в смеси.	8	3	подготовка к отчету	4	отчет
4.	Тема 4. Ультрафиолетовая спектроскопия. Природа полос в УФ-спектрах, их связь со строением молекул. Спектральные характеристики основных классов органических соединений.	8	4	подготовка к коллоквиуму	4	коллоквиум
5.	Тема 5. Характеристики спектральной полосы. Устройство спектрофотометра. Кюветы, выбор растворителя. Знакомство с прибором.	8	5	подготовка к отчету	4	отчет
6.	Тема 6. Приготовление растворов. Запись спектра.	8	6	подготовка к отчету	4	отчет
7.	Тема 7. Количественные исследования с помощью УФ-спектроскопии.	8	7	подготовка к отчету	4	отчет

N	Раздел Дисциплины	Семестр	Неделя семестра	Виды самостоятельной работы студентов	Трудоемкость (в часах)	Формы контроля самостоятельной работы
8.	Тема 8. Ядерный магнитный резонанс. Теория метода, аппаратура и приготовление образцов.	8	8	подготовка к коллоквиуму	4	коллоквиум
9.	Тема 9. Шкала химических сдвигов. Спин-спиновое взаимодействие. Взаимодействие протонов с другими ядрами. Спиновые системы. Подавление спин-спинового взаимодействия. Спектроскопия на ядрах $^1\text{H}$ и $^{31}\text{P}$ .	8	9	подготовка к реферату	4	реферат
10.	Тема 10. Знакомство с программами обработки спектральных данных.	8	10	Знакомство с программным комплексом MestReNova, предназначенным для визуализации и обработки спектров ЯМР.	4	Визуализация, обработка и определение спектральных параметров (химические сдвиги, КССВ) с помощью программного комплекса MestReNova
11.	Тема 11. Приготовление образца. Получение спектра ЯМР $^{31}\text{P}$ в электронном виде. Обработка спектральных данных на ПЭВМ.	8	11	подготовка к отчету	4	отчет
12.	Тема 12. Приготовление образца. Получение спектра ПМР в электронном виде. Обработка данных на ПЭВМ.	8	12	подготовка к отчету	4	отчет

N	Раздел Дисциплины	Семестр	Неделя семестра	Виды самостоятельной работы студентов	Трудоемкость (в часах)	Формы контроля самостоятельной работы
13.	Тема 13. Инфракрасная спектроскопия. Механизм возникновения спектров, типы колебаний, составные частоты, обертона, характеристические частоты. Характеристика инфракрасной полосы поглощения.	8	13	подготовка к устному опросу	4	устный опрос
14.	Тема 14. Применение и возможности ИК-спектроскопии. Качественный и количественный анализ (методы расчета в количественном анализе). Способы приготовления образцов.	8	14	подготовка к реферату	4	реферат
15.	Тема 15. Принципиальные схемы приборов. Знакомство с прибором. Специальные методы исследования: МНПВО, приставки диффузного отражения.	8	15	подготовка к реферату	4	реферат
16.	Тема 16. Знакомство с программами обработки спектральных данных.	8	16	Знакомство с программным комплексом Peak Explorer, предназначенным для обработки ИК-спектров	6	Визуализация, обработка и определение спектральных параметров с помощью программного комплекса Peak Explorer.
17.	Тема 17. Съёмка спектра вещества и установление строения по данным спектра и молекулярной массе.	8	17	подготовка к отчету	7	отчет

N	Раздел Дисциплины	Семестр	Неделя семестра	Виды самостоятельной работы студентов	Трудоемкость (в часах)	Формы контроля самостоятельной работы
18.	Тема 18. Определение энтальпии образования водородной связи в ассоциате фенол ? фосфорильное соединение	8	18	подготовка к отчету	7	отчет
	Итого				80	

## 5. Образовательные технологии, включая интерактивные формы обучения

Реальная работа с веществом на спектральных приборах, используемых в химических лабораториях. Обработка результатов эксперимента на ПЭВМ с применением специальных программ.

Вопросы к подготовке по методу ИК-спектроскопии (12 часов):

1. Физическая основа методов ИК-спектроскопии
2. Устройство и принцип действия классических ИК-спектрометров
3. Устройство и принцип действия ИК-Фурье спектрометров.
4. Возможности метода ИК-спектроскопии в исследовании веществ.
5. Количественное использование метода
6. Метод МНПВО. Устройство и принцип действия приставок.
7. Методика диффузного отражения. Работа приставок.
8. Методы приготовления образцов для спектральных исследований.
9. Съёмка спектров в жидкостных кюветах.
10. Методики обработки результатов.

## 6. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины и учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов

**Тема 1. Спектрофотометрия. Общие условия фотометрического определения веществ. Законы поглощения света. Оптические свойства окрашенных соединений в растворах**  
коллоквиум, примерные вопросы:

Хромофорные и аукохромофорные группировки в составе соединения. Возможность определения концентрации вещества по его спектру поглощения. Привести примеры батохромного и гипсохромного сдвига. Приборы, принцип работы, назначение и возможности. Кинетические измерения.

**Тема 2. Методы анализа. Приборы. Работа на приборе.**

отчет, примерные вопросы:

Знакомство с приборами. Фотоколориметры типа ФЭК, Spekol. Порядок работы. Вспомогательные приставки. Выбор светофильтров. Снять пробный спектр.

**Тема 3. Построение калибровочных графиков. Определение количества вещества в смеси.**

отчет, примерные вопросы:

Задание: Снять спектр вещества (например салициловый альдегид), определить максимум полосы поглощения. Определить значения оптической плотности в максимуме поглощения для 6 различных концентраций. Построить калибровочный график. Определить концентрацию вещества в растворе, представленном преподавателем. Написать отчёт о проделанной работе.

#### **Тема 4. Ультрафиолетовая спектроскопия. Природа полос в УФ-спектрах, их связь со строением молекул. Спектральные характеристики основных классов органических соединений.**

коллоквиум , примерные вопросы:

Шкала электромагнитных длин волн. Спектроскопия в ультрафиолетовой и видимой области. Природа появления полосы в спектре. Спектральные характеристики основных классов органических и элементоорганических соединений. Зависимость параметров УФ-спектра вещества от его строения и выбранного растворителя. Качественные и количественные исследования.

#### **Тема 5. Характеристики спектральной полосы. Устройство спектрофотометра. Кюветы, выбор растворителя. Знакомство с прибором.**

отчет , примерные вопросы:

Ознакомиться с устройством и принципом работы УФ-спектрометра Спектрофотометр UV 3600 (Шимадзу), Lambda 35 (ПеркинЭльмер). Изучение программы, управляющей записью спектра и обработкой. Предоставление протокола работы на спектрометре.

#### **Тема 6. Приготовление растворов. Запись спектра.**

отчет , примерные вопросы:

Приготовить раствор, записать спектр вещества, провести его обработку. Перенести результаты в Word, описать спектр. Предоставление протокола работы с УФ-спектрометром.

#### **Тема 7. Количественные исследования с помощью УФ-спектроскопии.**

отчет , примерные вопросы:

Приготовить растворы веществ (по указанию преподавателя). Записать спектр, определить максимум поглощения. Записать изменение оптической плотности полосы поглощения во времени при добавлении второго вещества. С помощью программы Excel рассчитать константу скорости. Предоставление протокола работы.

#### **Тема 8. Ядерный магнитный резонанс. Теория метода, аппаратура и приготовление образцов.**

коллоквиум , примерные вопросы:

Теория метода ЯМР. Методики наблюдения, типы приборов. Экранирование Химический сдвиг

#### **Тема 9. Шкала химических сдвигов. Спин-спиновое взаимодействие. Взаимодействие протонов с другими ядрами. Спиновые системы. Подавление спин-спинового взаимодействия. Спектроскопия на ядрах $^1\text{H}$ и $^{31}\text{P}$ .**

реферат , примерные темы:

Понятие о КССВ Типы спиновых систем Значение КССВ для одинаковых и различных магнитно-активных ядер Параметры спектров, обработка.

#### **Тема 10. Знакомство с программами обработки спектральных данных.**

Визуализация, обработка и определение спектральных параметров (химические сдвиги, КССВ) с помощью программного комплекса MestReNova , примерные вопросы:

Отчет о работе по освоению программного комплекса MestReNova

#### **Тема 11. Приготовление образца. Получение спектра ЯМР $^{31}\text{P}$ в электронном виде. Обработка спектральных данных на ПЭВМ.**

отчет , примерные вопросы:

Предоставление протокола работы по подготовке образца для регистрации ЯМР спектра  $^{31}\text{P}$ , регистрации спектра и его расшифровке.

#### **Тема 12. Приготовление образца. Получение спектра ПМР в электронном виде. Обработка данных на ПЭВМ.**

отчет , примерные вопросы:

Предоставление протокола работы по подготовке образца для регистрации ПМР спектра, регистрации спектра и его расшифровке.

#### **Тема 13. Инфракрасная спектроскопия. Механизм возникновения спектров, типы колебаний, составные частоты, обертона, характеристические частоты. Характеристика инфракрасной полосы поглощения.**

устный опрос , примерные вопросы:

Вопросы для устного опроса: Инфракрасная спектроскопия. Механизм возникновения спектров, типы колебаний, составные частоты, обертона, характеристические частоты. Активные и неактивные колебания. Типы приборов и методики записи спектров. Характеристика инфракрасной полосы поглощения.

**Тема 14. Применение и возможности ИК-спектроскопии. Качественный и количественный анализ (методы расчета в количественном анализе). Способы приготовления образцов.**

реферат , примерные темы:

Подготовка реферата по теме "Характеристические частоты в колебательных спектрах органических и элементоорганических соединений " (в соответствии с классом соединений - каждому обучаемому)

**Тема 15. Принципиальные схемы приборов. Знакомство с прибором. Специальные методы исследования: МНПВО, приставки диффузного отражения.**

реферат , примерные темы:

Подготовка реферата по теме "Особые случаи и методы регистрации спектров ИК "

**Тема 16. Знакомство с программами обработки спектральных данных.**

Визуализация, обработка и определение спектральных параметров с помощью программного комплекса Peak Explorer. , примерные вопросы:

Отчет о работе по освоению программного комплекса IRsolution

**Тема 17. Съёмка спектра вещества и установление строения по данным спектра и молекулярной массе.**

отчет , примерные вопросы:

Записать спектр двух веществ (в плёнке и суспензии в вазелиновом масле) Предоставление протокола работы с ИК-спектрометром, расшифровка строения соединения по его колебательному спектру и молярной массе.

**Тема 18. Определение энтальпии образования водородной связи в ассоциате фенол ? фосфорильное соединение**

отчет , примерные вопросы:

Приготовить растворы диметилфосфита (или другого электронодонора) и фенола. Записать спектры исходных растворов и раствора смеси соединений. По величине сдвига полосы валентных колебаний гидроксильной группы фенола оценить величину энтальпии водородной связи. Предоставление протокола работы по определению энтальпийных параметров наряду с протоколом итоговой работы.

**Итоговая форма контроля**

зачет (в 8 семестре)

Примерные вопросы к зачету:

Текущий контроль осуществляется при опросах на семинарских занятиях, коллоквиумах и виде письменных отчетов о проделанной работе.

Зачет ставится после представления всех отчетов.

Вопросы на зачёт:

1. Основные принципы определения концентрации веществ при помощи спектрофотометрии.
2. Закон Ламберта-Бугера-Бера.
3. Спектры люминесценции веществ. Структура молекулы и спектр люминесценции.
4. Прохождение света через рассеивающее-поглощающую среду, транспортное уравнение.
5. Определение коэффициентов рассеяния и поглощения образца методом добавления-удвоения.

6. Почему необходимо проводить измерения продолжительное время, до установления неизменяющегося значения пропускания? Какие вы можете предложить дополнительные измерения (или приемы) для того, чтобы избежать излишне большой продолжительности эксперимента?
7. Рассчитать спектральные параметры (коэффициенты поглощения и рассеяния) образца по измеренным спектрам.
8. Объяснить изменения точности измерений при увеличении оптической плотности образца.
9. Провести разложение сложного спектра на составляющие полосы. Объяснить разницу в измеряемой по спектру ширине полос и результатов разложения.
10. Какое физическое явление является основой спектральных методов, используемых в ИК-области электромагнитного спектра?
11. Дайте определение понятиям: нормальные, валентные, деформационные колебания, обертоны. Их классификационные признаки.
12. Что понимают под термином "групповые частоты"?
13. Физические основы метода ИК-спектроскопии НПВО.
14. Что такое критический угол падения луча излучения?
15. Основные узлы ИК-спектральных приборов и их назначение.
16. В чем особенности и преимущества Фурье-спектрометров.
17. В чем отличие оптической спектроскопии диффузного отражения от абсорбционной молекулярной спектроскопии растворов?
18. Изучение кинетики химических реакций методом УФ-спектрофотометрии на примере бромирования трихлорэтилена.
19. Применение ИК-спектроскопии для исследования термического старения и окисления каучуков.
20. Применение ИК-спектроскопии для исследования процессов самоассоциации.
21. Является ли применение дейтерированных растворителей обязательным для съемки ЯМР-спектров? Почему?
22. За что отвечает величина AQ в параметрах накопления спектра? Каков критерий выбора значения AQ ?
23. Перечислите все условия, необходимые для получения количественного ЯМР спектра на ядрах  $^{13}\text{C}$ .
24. Какие особенности необходимо учитывать при съемке спектров  $^{29}\text{Si}$ ?
25. На основании каких данных осуществляется установка шкалы химического сдвига в спектрах ЯМР?
26. Перечислите известные Вам алгоритмы автоматического шиммирования с указанием их достоинств и недостатков
27. Каковы основные источники опасности при работе на ЯМР спектрометре? Что необходимо делать в случае квенча магнита?
28. Для чего применяются ампулы Shigemi? В чем особенность материала их конструкции?
29. Какие проблемы существуют при съемке спектров в недейтерированных растворителях?
30. Какие Вам известны режимы работы развязки при регистрации спектров гетероядер? Для чего они применяются?

### 7.1. Основная литература:

1. Каратаева Ф.Х., Клочков В.В. Спектроскопия ЯМР в органической химии. Часть I. 2013. (Для студентов и аспирантов химического и биологического факультетов) Подробности: [http://kpfu.ru/publication?p\\_id=68614](http://kpfu.ru/publication?p_id=68614)
2. Каратаева, Ф.Х. Спектроскопия ЯМР в органической химии: [учебное пособие] / Ф. Х. Каратаева, В. В. Клочков. Казань: Казанский университет, 2013. ?; 21.ч. 1: Общая теория ЯМР. Химические сдвиги  $^1\text{H}$  и  $^{13}\text{C}$ .?2013.?130 с.:

3. Лебухов В. И. Физико-химические методы исследования [Электронный ресурс] : учебник / Лебухов В. И., Окара А. И., Павлюченкова Л. П. ? Электрон. дан. ? СПб. : Лань, 2012. ? 480 с. ? Режим доступа: [http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1\\_id=4543](http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=4543) ? Загл. с экрана.

## 7.2. Дополнительная литература:

1. Современные физико-химические методы исследования в органической химии : учебно-методическое пособие к спецпрактикуму по физическим и физико-химическим методам исследования / Казан. федер. ун-т, Хим. ин-т им. А. М. Бутлерова ; [авт.-сост.: к.х.н. В. А. Бурилов и др.] .? Казань : [Казанский университет], 2014 .? 131 с.

2. Кленин В.И., Федусенко И.В. Высокомолекулярные соединения: учебник. [Электронный ресурс] - 2-е изд., испр. - Санкт-Петербург, 2013. - 512 с.

Режим доступа:[http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1\\_cid=25&pl1\\_id=5842](http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_cid=25&pl1_id=5842)

3. Каратаева Ф.Х., Клочков В.В. // Спектроскопия ЯМР <sup>1</sup>H и <sup>13</sup>C в органической химии. - Казань, 2007.- 154 с.

4. Бердников, Евгений Александрович.

Задачи и упражнения по ЯМР-спектроскопии в органической химии : [учеб. пособие] / Е.А. Бердников, М.А. Казымова ; Казан. гос. ун-т, Хим. ин-т им. А.М. Бутлерова, Науч.-образоват. центр Казан. гос. ун-та 'Материалы и технологии XXI века' .? Казань : [КГУ], 2007 .? ; 29.Ч. 1 .? 2007 .? 103 с

## 7.3. Интернет-ресурсы:

каталог литературы по спектроскопии - [http://www.ph4s.ru/book\\_ph\\_spektroskop.html](http://www.ph4s.ru/book_ph_spektroskop.html)

полезные ссылки - <http://old.kpfu.ru/f7/index.php?id=15>

Прикладная инфракрасная (ИК) спектроскопия -

<http://download-book.ru/metody-issledovanija/prikladnaja-infrakrasnaja-ik-spektroskopija>

учебные пособия - <http://old.kpfu.ru/f7/index.php?id=9>

Физические методы исследования в химии - <http://lib.mexmat.ru/books/11037>

## 8. Материально-техническое обеспечение дисциплины(модуля)

Освоение дисциплины "Спецпрактикум: Спектральные методы исследования мономеров" предполагает использование следующего материально-технического обеспечения:

Мультимедийная аудитория, вместимостью более 60 человек. Мультимедийная аудитория состоит из интегрированных инженерных систем с единой системой управления, оснащенная современными средствами воспроизведения и визуализации любой видео и аудио информации, получения и передачи электронных документов. Типовая комплектация мультимедийной аудитории состоит из: мультимедийного проектора, автоматизированного проекционного экрана, акустической системы, а также интерактивной трибуны преподавателя, включающей тач-скрин монитор с диагональю не менее 22 дюймов, персональный компьютер (с техническими характеристиками не ниже Intel Core i3-2100, DDR3 4096Mb, 500Gb), конференц-микрофон, беспроводной микрофон, блок управления оборудованием, интерфейсы подключения: USB, audio, HDMI. Интерактивная трибуна преподавателя является ключевым элементом управления, объединяющим все устройства в единую систему, и служит полноценным рабочим местом преподавателя. Преподаватель имеет возможность легко управлять всей системой, не отходя от трибуны, что позволяет проводить лекции, практические занятия, презентации, вебинары, конференции и другие виды аудиторной нагрузки обучающихся в удобной и доступной для них форме с применением современных интерактивных средств обучения, в том числе с использованием в процессе обучения всех корпоративных ресурсов. Мультимедийная аудитория также оснащена широкополосным доступом в сеть интернет. Компьютерное оборудование имеет соответствующее лицензионное программное обеспечение.

Компьютерный класс, представляющий собой рабочее место преподавателя и не менее 15 рабочих мест студентов, включающих компьютерный стол, стул, персональный компьютер, лицензионное программное обеспечение. Каждый компьютер имеет широкополосный доступ в сеть Интернет. Все компьютеры подключены к корпоративной компьютерной сети КФУ и находятся в едином домене.

Оборудование:

Спектрометр СФ-46 с принадлежностями

Спектрометр Lambda 35 с принадлежностями

Спектрофотометр Spekl, ФЭК-56М с принадлежностями

Спектрометр IRPrestige-21 с принадлежностями

Набор химических реактивов и химической посуды

Компьютеры

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВПО и учебным планом по специальности: 04.05.01 "Фундаментальная и прикладная химия" и специализации Химия элементоорганических соединений .

Автор(ы):

Ивкова Г.А. \_\_\_\_\_

Собанов Александр Антонович \_\_\_\_\_

"\_\_" \_\_\_\_\_ 201\_\_ г.

Рецензент(ы):

Курамшин А.И. \_\_\_\_\_

"\_\_" \_\_\_\_\_ 201\_\_ г.