

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
(ФГБОУ ВО «ВГУ»)

УТВЕРЖДАЮ

Заведующий кафедрой
органической химии



Шихалиев Х.С.
подпись, расшифровка подписи
19.03.2020 г.

**Б1.В.07 ЯМР и хромато-масс-спектрометрические
методы исследования в органической химии**

- 1. Код и наименование специальности:** 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия
- 2. Специализация:** фундаментальная химия в профессиональном образовании
- 3. Квалификация (степень) выпускника:** специалист
- 4. Форма обучения:** очная
- 5. Кафедра, отвечающая за реализацию дисциплины:** кафедра органической химии
- 6. Составители программы:** Крысин Михаил Юрьевич, доктор химических наук, доцент
- 7. Рекомендована:** научно-методическим советом химического факультета, 19.03.2020, протокол №3
- 8. Учебный год:** 2024-2025 **Семестр:** 9

9. Цели и задачи учебной дисциплины

на основе современных представлений в области физико-химических методов анализа веществ сформировать у студентов понимание основ и практического применения ядерного магнитного резонанса и масс-спектрометрии в анализе органических соединений.

10. Место учебной дисциплины в структуре ООП:

Вариативная часть блока Б1

Изучение названного курса предполагает, что студент владеет знаниями дисциплин базового профессионального цикла: физика; химия.

11. Планируемые результаты обучения по дисциплине/модулю (знания, умения, навыки), соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (компетенциями) и индикаторами их достижения:

| Код | Название компетенции | Код(ы) | Индикатор(ы) | Планируемые результаты обучения |
|-------|---|---------|---|---|
| ПК -2 | Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в области аналитической, физической, неорганической органической и полимерной химии | ПК -2.1 | Составляет общий план исследования и детальные планы отдельных стадий | знать: - основные классы органических веществ; уметь: - описывать структуру органических соединений, устанавливать связь между строением и спектральными характеристиками органических соединений; - анализировать и применять связи между строением, спектральными характеристиками и физическими свойствами органических веществ; владеть: - навыками использования справочной и монографической литературы, электронных научно-образовательных ресурсов для самостоятельной работы по освоению специальных разделов химии. |
| | | ПК -2.2 | Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов | знать: - спектральные особенности органических соединений; уметь: - определять возможность и направление протекания химических процессов исходя из представлений об их термодинамических и кинетических характеристиках владеть: - навыками использования базового химического и физико-математического аппарата знаний для освоения специальных разделов химии |

12. Объем дисциплины в зачетных единицах/час.(в соответствии с учебным планом) — 4/144.

Форма промежуточной аттестации(зачет/экзамен) зачет с оценкой

13. Трудоемкость по видам учебной работы

| Вид учебной работы | | Трудоемкость | |
|---|--------------|--------------|--------------|
| | | Всего | По семестрам |
| | | | 9 семестр |
| Аудиторные занятия | | 76 | 76 |
| в том числе: | лекции | 32 | 32 |
| | практические | | |
| | лабораторные | 44 | 44 |
| Самостоятельная работа | | 68 | 68 |
| Форма промежуточной аттестации (зачет с оценкой) | | | |
| Итого: | | 144 | 144 |

13.1. Содержание дисциплины

| № п/п | Наименование раздела дисциплины | Содержание раздела дисциплины | Реализация раздела дисциплины с помощью онлайн-курса, ЭУМК * |
|------------------|---|--|---|
| 1. Лекции | | | |
| 1.1 | Основные принципы ядерного магнитного резонанса | Физические основы ЯМР. Магнитные ядра. Параметры спектров ЯМР (химический сдвиг, интенсивность сигнала, константа спин-спинового взаимодействия). Подготовка образцов, условия съемки спектров. | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |
| 1.2 | Химический сдвиг и спин-спиновое взаимодействие | Факторы, определяющие химический сдвиг: электронное влияние заместителей, влияние полей магнитно-анизотропных групп, взаимодействие магнитных ядер и электронов через пространство, влияние растворителей и температуры. Прямое и не прямое спин-спиновое взаимодействие. Мультиплетность сигналов в спектрах ЯМР ¹ H. Константы спин-спинового взаимодействия (КССВ). Взаимосвязь КССВ и структуры органических соединений. ЯМР ¹ H спектроскопия отдельных классов органических соединений. Спектроскопия ЯМР ¹³ C. | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |
| 1.3 | Ядерный эффект Оверхаузера и корреляционная спектроскопия ЯМР | Гомо- и гетероядерные ЯЭО. Применение ЯЭО для установления структуры веществ. Двумерная ЯМР спектроскопия. Корреляционные спектры. | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |
| 1.4 | Основные принципы масс-спектрометрии | Методы и системы ввода образцов. Методы ионизации. Ионизация в газовой фазе. | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |

| | | | |
|--------------------------------|---|--|---|
| | | Десорбционная ионизация. Ионизация при испарении: масс-спектрометрия с термораспылением, масс-спектрометрия с электрораспылением. Анализаторы масс. Магнитные секторные масс-спектрометры. Квадрупольные масс-спектрометры. Масс-спектрометры с ионной ловушкой. Времяпролетные масс-спектрометры. Tandemная масс-спектрометрия. | .php?id=11893 |
| 1.5 | Физико-химические основы закономерностей масс-спектрометрического распада и направлений фрагментации соединений важнейших классов органических соединений | Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала. Прочность химических связей. Фрагментации. Перегруппировки. Молекулярный ион. Масс-спектры основных классов органических соединений (углеводороды, гидроксилсодержащие соединения, оксосоединения, карбоновые кислоты и их производные, органические соединения азота, гетероциклические соединения). | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |
| 1.6 | Хромато-масс-спектрометрические методы качественного и количественного анализа органических соединений | Газовая хроматография/масс-спектрометрия. Типы хроматограмм с регистрацией ионного тока. Скорость сбора данных. Количественный анализ. Жидкостная хроматография//масс-спектрометрия. Типы масс-спектрометров. Анализ объектов окружающей среды. | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |
| 1.7 | Практические основы интерпретации масс-спектров и установления структуры веществ | Молекулярный ион и изотопные пики в спектрах низкого и высокого разрешения. Молекулярная формула. Индекс водородной ненасыщенности. Азотное правило. Определение содержания изотопа ^{13}C в природных образцах. Расчет изотопной чистоты соединений. Фрагментные ионы. Гомологические серии ионов. Выбросы простейших нейтральных частиц. Наиболее интенсивные пики в масс-спектрах. Библиотеки масс-спектров. | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |
| 2. Лабораторные занятия | | | |
| 2.1 | Основные принципы ядерного магнитного резонанса | Физические основы ЯМР. Магнитные ядра. Параметры спектров ЯМР (химический сдвиг, интенсивность сигнала, константа спин-спинового взаимодействия). Подготовка образцов, условия съемки спектров. | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |
| 2.2 | Химический сдвиг и спин-спиновое взаимодействие | Факторы, определяющие химический сдвиг: электронное влияние заместителей, влияние полей магнитно-анизотропных групп, взаимодействие магнитных ядер и электронов через пространство, влияние растворителей и температуры. Прямое и не прямое спин-спиновое взаимодействие. Мультиплетность сигналов в спектрах ЯМР ^1H . Константы спин-спинового взаимодействия (КССВ). Взаимосвязь КССВ и структуры органических соединений. ЯМР ^1H спектроскопия отдельных классов органических соединений. Спектроскопия ЯМР ^{13}C . | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |
| 2.3 | Ядерный эффект Оверхаузера и | Гомо- и гетероядерные ЯЭО. Применение ЯЭО для установления структуры веществ. | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |

| | | | |
|-----|---|--|---|
| | корреляционная спектроскопия ЯМР | Двумерная ЯМР спектроскопия. Корреляционные спектры. | .php?id=11893 |
| 2.4 | Основные принципы масс-спектрометрии | Методы и системы ввода образцов. Методы ионизации. Ионизация в газовой фазе. Десорбционная ионизация. Ионизация при испарении: масс-спектрометрия с термораспылением, масс-спектрометрия с электрораспылением. Анализаторы масс. Магнитные секторные масс-спектрометры. Квадрупольные масс-спектрометры. Масс-спектрометры с ионной ловушкой. Времяпролетные масс-спектрометры. Tandemная масс-спектрометрия. | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |
| 2.5 | Физико-химические основы закономерностей масс-спектрометрического распада и направлений фрагментации соединений важнейших классов органических соединений | Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала. Прочность химических связей. Фрагментации. Перегруппировки. Молекулярный ион. Масс-спектры основных классов органических соединений (углеводороды, гидроксилсодержащие соединения, оксосоединения, карбоновые кислоты и их производные, органические соединения азота, гетероциклические соединения). | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |
| 2.6 | Хромато-масс-спектрометрические методы качественного и количественного анализа органических соединений | Газовая хроматография/масс-спектрометрия. Типы хроматограмм с регистрацией ионного тока. Скорость сбора данных. Количественный анализ. Жидкостная хроматография//масс-спектрометрия. Типы масс-спектрометров. Анализ объектов окружающей среды. | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |
| 2.7 | Практические основы интерпретации масс-спектров и установления структуры веществ | Молекулярный ион и изотопные пики в спектрах низкого и высокого разрешения. Молекулярная формула. Индекс водородной ненасыщенности. Азотное правило. Определение содержания изотопа ¹³ C в природных образцах. Расчет изотопной чистоты соединений. Фрагментные ионы. Гомологические серии ионов. Выбросы простейших нейтральных частиц. Наиболее интенсивные пики в масс-спектрах. Библиотеки масс-спектров. | https://edu.vsu.ru/course/view.php?id=11893 |

13.2. Темы (разделы) дисциплины и виды занятий

| № п/п | Наименование темы (раздела) дисциплины | Виды занятий (количество часов) | | | | Всего |
|-------|---|---------------------------------|---------------|--------------|------------------------|-------|
| | | Лекции | Практически е | Лабораторные | Самостоятельная работа | |
| 1 | Основные принципы ядерного магнитного резонанса | 4 | | 8 | 8 | 20 |
| 2 | Химический сдвиг и спин-спиновое взаимодействие | 6 | | 4 | 12 | 22 |
| 3 | Ядерный эффект Оверхаузера и корреляционная спектроскопия ЯМР | 4 | | 6 | 8 | 18 |
| 4 | Основные принципы | 4 | | 8 | 4 | 16 |

| | | | | | | |
|---|---|----|--|----|----|-----|
| | масс-спектрометрии | | | | | |
| 5 | Физико-химические основы закономерностей масс-спектрометрического распада и направлений фрагментации соединений важнейших классов органических соединений | 4 | | 8 | 12 | 24 |
| 6 | Хромато-масс-спектрометрические методы качественного и количественного анализа органических соединений | 6 | | 6 | 12 | 24 |
| 7 | Практические основы интерпретации масс-спектров и установления структуры веществ | 4 | | 4 | 12 | 20 |
| | Итого: | 32 | | 44 | 68 | 144 |

14. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины

Организация изучения дисциплины предполагает следующие виды работ студентов: с конспектами лекций; выполнение заданий преподавателя при подготовке к занятиям по наиболее сложным разделам дисциплины с использованием основной и дополнительной литературы, а также интернет-ресурсов.

Методические рекомендации по организации самостоятельной работы

Самостоятельная работа как форма организации учебной работы предусматривает следующие ее виды:

- повторение лекционного материала;
- изучение учебной, учебно-методической литературы и иных источников по инструментальным методам анализа и их применению;
- подготовка к зачету с оценкой.

Цель самостоятельной работы – это углубление и расширение знаний в области физико-химических методов анализа органических веществ; формирование навыка и интереса к самостоятельной познавательной деятельности, что послужит в будущем основанием для написания выпускной квалификационной работы.

В процессе изучения курса необходимо обратить внимание на самоконтроль знаний. С этой целью обучающийся после изучения каждой отдельной темы и затем всего курса по учебнику и дополнительной литературе должен проверить уровень своих знаний с помощью контрольных вопросов, которые помещены в конце каждой темы.

Для самостоятельного изучения отводятся темы, хорошо разработанные в учебных пособиях, научных монографиях и не могут представлять особенных трудностей при изучении.

Самостоятельная работа реализуется: непосредственно в процессе аудиторных занятий на кафедре при выполнении лабораторных работ; в библиотеке, дома.

Методические рекомендации по подготовке к зачету с оценкой

При подготовке к зачету с оценкой обучающийся должен повторить пройденный материал в соответствии с учебной программой, примерным перечнем учебных вопросов, выносящихся на зачет и содержащихся в данной программе, используя конспект лекций и рекомендованную литературу. При необходимости может обратиться за консультацией и методической помощью к преподавателю.

15. Перечень основной и дополнительной литературы, ресурсов интернет, необходимых для освоения дисциплины (список литературы оформляется в соответствии с требованиями ГОСТ и используется общая сквозная нумерация для всех видов источников)

а) основная литература:

| № п/п | Источник |
|-------|--|
| 1 | Ярышев, Н. Г. Физические методы исследования и их практическое применение в химическом анализе : учебное пособие / Н. Г. Ярышев, Ю. Н. Медведев, М. И. Токарев, А. В. Бурихина, Н. Н. Камкин - Москва : Прометей, 2015. - 196 с. - ISBN 978-5-9906134-6-1. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785990613461.html |
| 2 | Бёккер, Ю. Спектроскопия : руководство / Ю. Бёккер. — Москва : Техносфера, 2009. — 528 с. — ISBN 978-5-94836-220-5. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: https://e.lanbook.com/book/73013 |
| 3 | Лебедев, А. Т. Масс-спектрометрия в органической химии : учебное пособие / А. Т. Лебедев. — 2-е изд., перераб. и доп. — Москва : Техносфера, 2015. — 704 с. — ISBN 978-5-94836-409-4. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: https://e.lanbook.com/book/110953 |

б) дополнительная литература:

| № п/п | Источник |
|-------|---|
| 4 | Лефедова, О. В. Молекулярная спектроскопия : учеб. -метод. пособие / Лефедова О. В. - Иваново : Иван. гос. хим. -технол. ун-т. , 2016. - 95 с. - ISBN --. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : https://www.studentlibrary.ru/book/ghtu_010.html |
| 5 | Юровская, М. А. Основы органической химии : учебное пособие / М. А. Юровская, А. В. Куркин. — 4-е изд. — Москва : Лаборатория знаний, 2020. — 239 с. — ISBN 978-5-00101-757-8. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: https://e.lanbook.com/book/135515 |
| 6 | Сафиулина, А. Г. Теоретические методы исследования продуктов органического синтеза : учебное пособие / А. Г. Сафиулина, Р. Г. Тагашева - Казань : Издательство КНИТУ, 2018. - 88 с. - ISBN 978-5-7882-2406-0. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788224060.html |
| 7 | Филатова, Е. А. Функционализация органических соединений : учебное пособие / Е. А. Филатова. - Ростов н/Д : ЮФУ, 2020. - 167 с. - ISBN 978-5-9275-3498-2. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785927534982.html |

в) информационные электронно-образовательные ресурсы (официальные ресурсы интернет)*:

| № п/п | Ресурс |
|-------|--|
| 8 | Сайт Зональной Научной библиотеки Воронежского государственного университета. — Режим доступа: http://www.lib.vsu.ru |
| 9 | ЭБС «Университетская библиотека online», http://biblioclub.ru/ |
| 10 | ЭБС «Консультант студента», http://www.studmedlib.ru |
| 11 | Электронно-библиотечная система "Лань" https://e.lanbook.com/ |

16. Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы (учебно-методические рекомендации, пособия, задачки, методические указания по выполнению практических (контрольных), курсовых работ и др.)

| № п/п | Источник |
|-------|--|
| 1 | Задачник по ИК- и ЯМР-спектроскопии лекарственных препаратов и биологически активных соединений : учебное пособие / А. А. Бакибаев, С. Ю. Паньшина, О. В. Пономаренко [и др.]. — Томск : ТГУ, 2019. — 124 с. — ISBN 978-5-94621-810-8. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: https://e.lanbook.com/book/148676 |

17. Образовательные технологии, используемые при реализации учебной дисциплины, включая дистанционные образовательные технологии (ДОТ,

электронное обучение (ЭО), смешанное обучение):

При реализации учебной дисциплины используются элементы электронного обучения (ЭО) и дистанционные образовательные технологии (ДОТ) в части освоения лекционного материала, проведения текущей и промежуточной аттестации, проведения части лабораторных работ и самостоятельной работы обучающихся по дисциплине, позволяющие обеспечивать опосредованное взаимодействие (на расстоянии) преподавателей и обучающихся, включая инструменты электронной информационно-образовательной среды ВГУ «Электронный университет ВГУ» (<https://edu.vsu.ru>), проведение вебинаров, видеоконференций, взаимодействие в соцсетях, посредством электронной почты, мессенджеров. Для освоения дисциплины рекомендуется список литературы и ресурсы для электронного обучения (ЭО) (п. 15).

Для достижения цели освоения учебной дисциплины, повышения качества образования и формирования компетенций используются аудиторные (лекции, лабораторные) и внеаудиторные/интерактивные (самостоятельная работа студентов) формы обучения.

Аудиторные:

Основными видами аудиторной работы являются лекции и лабораторные работы. Они решают задачи формирования и развития профессиональных умений и навыков обучающихся.

Лекции включают в себя последовательное изложение материала преподавателем в том числе с использованием мультимедийного проектора для компьютерной презентации и видеоматериалов.

Лабораторные работы – форма организации обучения, интегрирующая теоретико-методологические знания, практические умения и навыки студентов в едином процессе учебно-исследовательского характера.

В ходе выполнения лабораторных работ студенты вырабатывают умения анализировать, делать выводы и обобщения, пользоваться различными приемами измерений, спектральными методами анализа, оформлять результаты экспериментов. Формируются практические профессиональные навыки спектрального анализа органических соединений.

Внеаудиторные:

Работа в глобальной сети (использование Интернет-технологий), поиск научной и методической информации.

18. Материально-техническое обеспечение дисциплины:

Специализированная мебель, шкаф вытяжной, лабораторные приборы, оборудование, посуда для синтеза и исследования органических соединений, аквадистиллятор ДЭ-10, баня водяная LB-140, весы аналитические HTR-220 CE Shinko VIBRA, комплекс для испарения жидкостей, микроскоп медицинский Биомед-6 (трино), цифровая камера ТС-1.3, рефрактометр ИРФ-454 Б2М, принтер лазерный Samsung ML-1641, ноутбук, ГХ-масс-спектрометр, ВЭЖХ-масс-спектрометр

19. Оценочные средства для проведения текущей и промежуточной аттестаций

По решению кафедры оценки за зачет могут быть выставлены по результатам текущей аттестации обучающегося в семестре, но не ранее, чем на заключительном занятии. При несогласии студента с оценкой последний вправе сдавать экзамен/зачет на общих основаниях.

Порядок оценки освоения обучающимися учебного материала определяется содержанием следующих разделов дисциплины:

| № п/п | Наименование раздела дисциплины (модуля) | Компетенция | Индикатор(ы) достижения компетенции | Оценочные средства |
|--|---|-------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| 1. | Основные принципы ядерного магнитного резонанса | ПК-2 | ПК-2.1 ПК-2.2 | Устный опрос |
| 2. | Химический сдвиг и спин-спиновое взаимодействие | ПК-2 | ПК-2.1 ПК-2.2 | Устный опрос; контрольная работа |
| 3. | Ядерный эффект Оверхаузера и корреляционная спектроскопия ЯМР | ПК-2 | ПК-2.1 ПК-2.2 | Устный опрос |
| 4. | Основные принципы масс-спектрометрии | ПК-2 | ПК-2.1 ПК-2.2 | Устный опрос; |
| 5 | Физико-химические основы закономерностей масс-спектрометрического распада и направлений фрагментации соединений важнейших классов органических соединений | ПК-2 | ПК-2.1 ПК-2.2 | Устный опрос |
| 6 | Хромато-масс-спектрометрические методы качественного и количественного анализа органических соединений | ПК-2 | ПК-2.1 ПК-2.2 | Устный опрос; |
| 7 | Практические основы интерпретации масс-спектров и установления структуры веществ | ПК-2 | ПК-2.1 ПК-2.2 | Устный опрос, контрольная работа |
| Промежуточная аттестация форма контроля - зачет с оценкой | | | | Перечень вопросов |

20 Типовые оценочные средства и методические материалы, определяющие процедуры оценивания

20.1 Текущий контроль успеваемости

Контроль успеваемости по дисциплине осуществляется с помощью следующих оценочных средств:

Лабораторные работы

Перечень лабораторных работ:

«Практические основы пробоподготовки и регистрации ЯМР спектров»

«Определение наличия функциональных групп в структуре органических соединений по ЯМР спектрам»

«Определение структуры органических веществ по данным ЯМР спектроскопии. Решение задач»

«Расчет химических сдвигов по инкрементам. Расшифровка ЯМР ¹H спектров первого порядка.»

- «Расшифровка спектров ЯМР ^1H высшего порядка.»
- «Использование компьютерных программ, моделирующих ЯМР спектры»
- «Установление брутто-формулы соединения, исходя из интенсивностей изотопных пиков молекулярного иона»
- «Установление по масс-спектру структурной формулы соединения. Фрагментация органических соединений»
- «Анализ и мониторинг состава смесей органических соединений методом хромато-масс-спектрометрии»

Описание технологии проведения

Лабораторные работы включают самостоятельную проработку теоретического материала обучающимся, изучение методик проведения и планирование эксперимента, инструментальных методов, обработку и интерпретацию экспериментальных данных.

По результатам лабораторной работы обучающийся должен уметь объяснять цели, задачи, ход проведения работы, ее результаты, сделанные выводы.

Требования к выполнению заданий (или шкалы и критерии оценивания)

Критерии оценки выполнения лабораторной работы

| Критерии оценивания компетенций | Уровень сформированности компетенций | Шкала оценок |
|--|--|--------------|
| Обучающийся владеет теоретическими основами методов анализа, лабораторная работа выполнена, сделаны правильные наблюдения и выводы (допускаются некоторые малозначительные ошибки, которые студент обнаруживает и быстро исправляет самостоятельно или при помощи преподавателем), что соответствует освоению компетенций. | Повышенный уровень Базовый уровень Пороговый уровень | Зачтено |
| Обучающийся не знает методики выполнения лабораторной работы и ее теоретических основ, не может самостоятельно провести исследование, делает грубые ошибки в интерпретации полученных результатов, не может сформулировать выводы, оформить работу, что соответствует не освоению компетенций. | – | Не зачтено |

20.2 Промежуточная аттестация

Промежуточная аттестация по дисциплине осуществляется с помощью следующих оценочных средств:

Собеседование по билетам к зачету с оценкой

Перечень вопросов к зачету с оценкой:

1. Физические основы ЯМР. Магнитные ядра. Параметры спектров ЯМР (химический сдвиг, интенсивность сигнала, константа спин-спинового взаимодействия). Подготовка образцов, условия съемки спектров.
2. Молекулярный ион и изотопные пики в спектрах низкого и высокого разрешения. Молекулярная формула. Индекс водородной ненасыщенности.
3. Факторы, определяющие химический сдвиг.
4. Фрагментные ионы. Гомологические серии ионов. Выбросы простейших нейтральных частиц. Наиболее интенсивные пики в масс-спектрах.
5. Прямое и не прямое спин-спиновое взаимодействие. Мультиплетность сигналов в спектрах ЯМР ^1H . Константы спин-спинового взаимодействия (КССВ).
6. Методы и системы ввода образцов. Методы ионизации. Ионизация в газовой фазе. Десорбционная ионизация. Ионизация при испарении: масс-спектрометрия с термораспылением, масс-спектрометрия с электрораспылением.
7. ЯМР ^1H спектроскопия отдельных классов органических соединений. Углеводороды.
8. Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала. Прочность химических связей. Фрагментации. Перегруппировки.

9. Спектроскопия ЯМР ¹³C.

10. Анализаторы масс. Магнитные секторные масс-спектрометры. Квадрупольные масс-спектрометры. Масс-спектрометры с ионной ловушкой. Времяпролетные масс-спектрометры. Тандемная масс-спектрометрия.
11. Гомо- и гетероядерные ЯЭО.
12. Газовая хроматография/масс-спектрометрия. Типы хроматограмм с регистрацией ионного тока.
13. ЯМР ¹H спектроскопия отдельных классов органических соединений. Функциональные производные углеводов.
14. Жидкостная хроматография//масс-спектрометрия. Типы масс-спектрометров. Анализ объектов окружающей среды.
15. Взаимосвязь КССВ и структуры органических соединений.
16. Масс-спектры основных классов органических соединений (углеводороды).
17. Двумерная ЯМР спектроскопия. Корреляционные спектры.
18. Масс-спектры основных классов органических соединений (гидроксилсодержащие соединения).
19. Применение ЯЭО для установления структуры веществ.
20. Масс-спектры основных классов органических соединений (оксосоединения).

Описание технологии проведения

Промежуточная аттестация проводится в соответствии с Положением о промежуточной аттестации обучающихся по программам высшего образования.

Контрольно-измерительные материалы промежуточной аттестации включают в себя теоретические вопросы, позволяющие оценить уровень полученных знаний, позволяющие оценить степень сформированности умений.

Технология проведения зачета с оценкой

1. Выдача билетов к зачету с оценкой и чистых листов ответов. (Билеты к зачету с оценкой выдаются обучающимся индивидуально).
2. Фиксирование времени начала и доведение до студентов времени окончания зачета с оценкой.
3. Ответы обучающихся на билеты к зачету с оценкой в письменном виде с заполнением листов ответов. (При необходимости в них кроме текста приводятся рисунки, схемы, таблицы, диаграммы).
4. Сбор билетов к зачету с оценкой и листов ответов.
5. Проверка листов ответов и выставление оценок.

Во время зачета с оценкой обучающимся запрещается разговаривать, ходить по аудитории, пользоваться сотовыми телефонами, шпаргалками, конспектами, учебниками и другой учебно-методической литературой, а также вносить пометки в экзаменационные билеты. Студенты, нарушившие перечисленные требования, удаляются с зачета с оценкой.

Требования к выполнению заданий, шкалы и критерии оценивания

При оценивании результатов обучения на зачете с оценкой используются следующие показатели:

- 1) знание учебного материала дисциплины;
- 2) умение применять теоретические знания для решения практических задач;
- 3) владение теоретическими основами дисциплины, способность иллюстрировать ответ примерами, фактами, данными научных исследований.

Для оценивания результатов обучения **на зачете с оценкой** используется 4-балльная шкала: «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно».

Показатели достижения заданного уровня освоения компетенции:

| Критерии оценивания компетенций | Уровень сформированности компетенций | Шкала оценок |
|---------------------------------|--------------------------------------|--------------|
|---------------------------------|--------------------------------------|--------------|

| | | |
|--|--------------------|---------------------|
| Обучающийся в полной мере владеет понятийным аппаратом дисциплины, способен иллюстрировать ответ примерами, фактами, данными научных исследований, применять теоретические знания для решения практических задач | Повышенный уровень | Отлично |
| Обучающийся владеет понятийным аппаратом дисциплины, но допускает отдельные ошибки при ответах на вопросы. | Базовый уровень | Хорошо |
| Обучающийся частично владеет теоретическими основами дисциплины, не умеет применять теоретические знания для решения практических задач. | Пороговый уровень | Удовлетворительно |
| Обучающийся демонстрирует отрывочные, фрагментарные знания, допускает грубые ошибки. | – | Неудовлетворительно |

Варианты заданий для контрольной работы:

1. ЯМР расшифровывается как:

- ядерный магнитный резонанс
- ядерный молекулярный резонанс
- ядерный магнитный ренесанс

2. Химический сдвиг - это:

- сдвиг атома под действием химии
- смещение частоты проявления ядра под действием химического окружения
- медицинский термин

3. Количественная характеристика спин-спинового взаимодействия:

- дельта
- переменная
- константа

4. Единица измерения химического сдвига, независящая от частоты:

- Гц
- м.д.
- нм

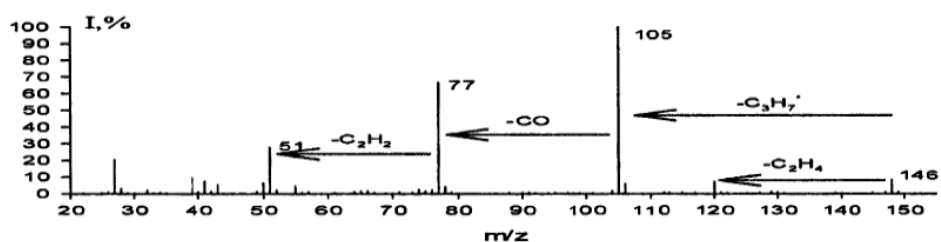
5. Мультиплетность сигнала метильной группы в составе этильного заместителя:

- синглет
- дублет
- триплет

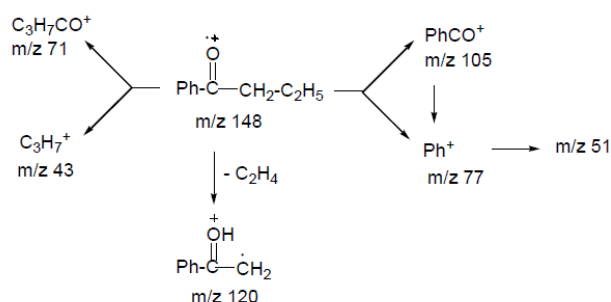
6. Мультиплетность сигналов протонов в составе фрагмента $-O-CH(Cl)-CH_2-NO_2$:

- триплет, триплет
- триплет, дублет
- синглет, синглет

Составьте схему фрагментации бутирофенона, масс-спектр которого представлен ниже.



Ответ: Схема фрагментации бутирофенона



Описание технологии проведения контрольной работы

Оценка знаний, умений и навыков, характеризующая этапы формирования компетенций в рамках изучения дисциплины осуществляется в ходе текущей аттестации.

Билет с заданиями контрольной работы обучающийся выбирает из числа предложенных и перед ответом ему предоставляется время для подготовки, обычно 40-45 мин.

Требования к выполнению заданий (или шкалы и критерии оценивания)

Для оценивания результатов контрольной работы используется шкала: «зачтено», «не зачтено».

| Оценка | Критерии оценок |
|-------------------|---|
| Зачтено | При решении заданий контрольной работы продемонстрировано знание теоретических основ дисциплины, умение применять теоретические знания для решения практических задач. |
| Не зачтено | При решении заданий контрольной работы студент демонстрирует отсутствие знаний теоретических основ дисциплины, он не может применить полученные теоретические знания для решения задач. |