

Минобрнауки России

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

«Оренбургский государственный университет»

Кафедра химии

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА

ДИСЦИПЛИНЫ

«Б1.Д.В.2 Спектроскопические методы анализа»

Уровень высшего образования

МАГИСТРАТУРА

Направление подготовки

04.04.01 Химия

(код и наименование направления подготовки)

Физическая и аналитическая химия

(наименование направленности (профиля) образовательной программы)

Квалификация

Магистр

Форма обучения

Очная

Год набора 2023

Рабочая программа дисциплины «БДВ.2 Спектроскопические методы анализа» рассмотрена и утверждена на заседании кафедры

Кафедра химии наименование кафедры

протокол № 5 от 12 января 2023

Заведующий кафедрой
Кафедра химии Е.В. Сальникова
наименование кафедры расшифровка подписи

Исполнители:
Кунафина Е.А.
расшифровка подписи
обязанность подпись расшифровка подписи

СОГЛАСОВАНО:

Председатель методической комиссии по направлению подготовки
04.04.01 Химия Е.В. Сальникова
код наименование личная подпись расшифровка подписи

Научный руководитель магистерской программы Е.В. Сальникова
личная подпись расшифровка подписи

Заведующий отделом формирования фонда и научной обработки документов
Н.Н. Демашева
личная подпись расшифровка подписи

Уполномоченный по качеству факультета
А.Н. Сизенцов
личная подпись расшифровка подписи

№ регистрации _____

1 Цель и задачи освоения дисциплины

Цель освоения дисциплины - обеспечить полное усвоение теоретических и практических основ спектроскопических методов анализа.

Задачи: изучить основные спектроскопические методы установления структуры органических соединений, включая масс-спектрометрию, электронную и колебательную спектроскопию, спектроскопию ядерного магнитного резонанса; сформировать навыки расшифровки масс-спектров, ИК- и УФ-спектров, спектров ЯМР ^1H , ЯМР ^{13}C , ЯМР ^{15}N , ЯМР ^{19}F , ЯМР ^{31}P ; научить устанавливать строение соединений на основе комплекса спектральных данных.

2 Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к обязательным дисциплинам (модулям) вариативной части блока Д «Дисциплины (модули)»

Пререквизиты дисциплины: *Б1.Д.Б.7 Современные методы физико-химического анализа*

Постреквизиты дисциплины: *Б2.П.В.П.1 Научно-исследовательская работа, Б2.П.В.П.2 Преддипломная практика*

3 Требования к результатам обучения по дисциплине

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование следующих результатов обучения

Код и наименование формируемых компетенций	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине, характеризующие этапы формирования компетенций
УК-1 Способен осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, вырабатывать стратегию действий	УК-1-В-1 Знать логико-методологический инструментарий для критической оценки современных концепций философского и социального характера в своей предметной области; способы анализа и решения проблемной ситуации УК-1-В-2 Уметь анализировать проблемную ситуацию как систему, выявляя ее составляющие и связи между ними; определять пробелы в информации, необходимой для решения проблемной ситуации, и проектировать процессы по их устранению; критически оценивать надежность источников информации; разрабатывать и содержательно аргументировать стратегию решения проблемной ситуации на основе системного и междисциплинарного подходов УК-1-В-3 Владеть навыками работы с противоречивой информацией из разных источников и решения проблемной ситуации на основе системного и междисциплинарного подходов	Знать: логико-методологический инструментарий для критической оценки современных концепций философского и социального характера в своей предметной области; способы анализа и решения проблемной ситуации. Уметь: анализировать проблемную ситуацию как систему, выявляя ее составляющие и связи между ними; определять пробелы в информации, необходимой для решения проблемной ситуации, и проектировать процессы по их устранению; критически оценивать надежность источников информации; разрабатывать и содержательно аргументировать стратегию решения проблемной ситуации на основе системного и междисциплинарного подходов, в том числе с применением философского понятийного аппарата. Владеть: навыками работы с противоречивой информацией из разных источников и решения

Код и наименование формируемых компетенций	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине, характеризующие этапы формирования компетенций
		проблемной ситуации на основе системного анализа философских взглядов и исторических закономерностей, процессов, явлений и событий
УК-2 Способен управлять проектом на всех этапах его жизненного цикла	<p>УК-2-В-1 Знать основы и инструменты планирования проекта</p> <p>УК-2-В-2 Уметь формулировать на основе поставленной проблемы проектную задачу и способ ее решения через реализацию проектного управления; разрабатывать концепцию проекта в рамках обозначенной проблемы: формулировать цель, задачи, обосновывать актуальность, значимость, ожидаемые результаты и возможные сферы их применения</p> <p>УК-2-В-3 Владеть навыками разработки плана реализации проекта с использованием инструментов планирования; мониторинга хода реализации проекта</p>	<p>Знать: основы и инструменты планирования проекта</p> <p>Уметь: формулировать на основе поставленной проблемы проектную задачу и способ ее решения через реализацию проектного управления; разрабатывать концепцию проекта в рамках обозначенной проблемы: формулировать цель, задачи, обосновывать актуальность, значимость, ожидаемые результаты и возможные сферы их применения.</p> <p>Владеть: навыками разработки плана реализации проекта с использованием инструментов планирования; мониторинга хода реализации проекта</p>
ПК*-1 Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках	<p>ПК*-1-В-1 Составляет общий план исследования и детальные планы отдельных стадий</p> <p>ПК*-1-В-2 Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов</p>	<p>Знать: основные методы сбора, обработки, анализа и обобщения результатов научных экспериментов; основные правила составления плана исследования.</p> <p>Уметь: проводить научные исследования по сформулированной тематике; самостоятельно составлять план исследования и получать новые научные и прикладные результаты;</p> <p>Владеть: навыками анализа основных мировоззренческих и методологических проблем, в.т.ч. междисциплинарного характера; технологиями планирования научных исследований.</p>
ПК*-2 Способен проводить патентно-информационные исследования в выбранной области химии и/или смежных наук	<p>ПК*-2-В-1 Проводит поиск специализированной информации в патентно-информационных базах данных</p> <p>ПК*-2-В-2 Анализирует и обобщает результаты патентного поиска по тематике проекта в выбранной области химии (химической технологии)</p>	<p>Знать: действующие патентно-информационные базы данных</p> <p>Уметь: анализировать и обобщать результаты патентного поиска по тематике проекта в выбранной области химии (химической технологии)</p> <p>Владеть: навыками осуществления поиска специализированной</p>

Код и наименование формируемых компетенций	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине, характеризующие этапы формирования компетенций
		информации в патентно-информационных базах данных
ПК*-3 Способен на основе критического анализа результатов НИР и НИОКР оценивать перспективы их практического применения и продолжения работ в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках	ПК*-3-В-1 Систематизирует информацию, полученную в ходе НИР и НИОКР, анализирует ее и сопоставляет с литературными данными ПК*-3-В-2 Определяет возможные направления развития работ и перспективы практического применения полученных результатов	Знать: возможные области применения результатов НИР и НИОКР Уметь: оценивать перспективы практического применения результатов НИР и НИОКР Владеть: навыками проведения критического анализа результатов НИР и НИОКР с целью определения перспектив их практического применения
ПК*-4 Способен использовать физические, физико-химические и аналитические методы исследования в анализе различных объектов	ПК*-4-В-1 Осуществляет отбор пробы объекта исследования, проводит пробоподготовку согласно нормативным документам ПК*-4-В-2 Выбирает технические средства и аналитические методы исследования исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов ПК*-4-В-3 Выполняет стандартные операции при работе на аналитическом оборудовании или при осуществлении анализа химическими методами ПК*-4-В-4 Проводит критический анализ полученных экспериментальных данных, корректно интерпретирует их и составляет протоколы исследований	Знать: физические, физико-химические и аналитические методы исследования в анализе различных объектов Уметь: осуществлять отбор пробы объекта исследования; проводить пробоподготовку согласно нормативным документам; проводить анализ различных объектов химическими и физико-химическими методами Владеть: навыками проведения анализа различных объектов с использованием аналитического оборудования

4 Структура и содержание дисциплины

4.1 Структура дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 5 зачетных единиц (180 академических часов).

Вид работы	Трудоемкость, академических часов	
	2 семестр	всего
Общая трудоёмкость	180	180
Контактная работа:	36,5	36,5
Лекции (Л)	18	18
Лабораторные работы (ЛР)	16	16
Консультации	1	1
Индивидуальная работа и инновационные формы учебных занятий	1	1
Промежуточная аттестация (зачет, экзамен)	0,5	0,5
Самостоятельная работа: - выполнение курсовой работы (КР);	143,5 +	143,5

Вид работы	Трудоемкость, академических часов	
	2 семестр	всего
- самоподготовка (проработка и повторение лекционного материала и материала учебников и учебных пособий); - подготовка к лабораторным занятиям; - подготовка к промежуточному контролю; - подготовка к рубежному контролю.		
Вид итогового контроля (зачет, экзамен, дифференцированный зачет)	экзамен	

Разделы дисциплины, изучаемые в 2 семестре

№ раздела	Наименование разделов	Количество часов				
		всего	аудиторная работа			внеауд. работа
			Л	ПЗ	ЛР	
1	Общая характеристика спектроскопических методов анализа	12	2		-	10
2	Электронная УФ спектроскопия	34	2		2	30
3	Колебательная ИК спектроскопия	34	2		2	30
4	Спектроскопия ядерного магнитного резонанса	42	4		8	30
5	Масс-спектрометрические методы исследования строения органических соединений	36	4		2	30
6	Комбинированные структурные методы органического анализа	22	4		2	16
	Итого:	180	18		16	146
	Всего:	180	18		16	146

4.2 Содержание разделов дисциплины

1 Общая характеристика спектроскопических методов анализа

Возникновение и развитие физических методов исследования строения органических соединений. Краткая характеристика спектроскопических методов. Комплексное использование спектроскопических методов в целях идентификации веществ и установления их химического строения. Области применения спектрального анализа, значение в современном мире.

2 Электронная УФ спектроскопия

Взаимосвязь электронных спектров и структуры органических молекул: хромофоры и ауксохромы, сопряжение хромофоров, неспецифическое и специфическое влияние растворителей, батохромный и гипсохромный сдвиги, гипохромный и гиперхромный эффекты, классификация полос поглощения в электронных спектрах. Избирательное поглощение важнейших ауксохромных и хромофорных групп: насыщенные гетероатомные ауксохромы, карбонильный хромофор, диеновый хромофор, еноновый хромофор, бензольный хромофор. Принцип работы УФ спектрофотометра. Условия измерения УФ спектров. Примеры структурного анализа ненасыщенных органических соединений по спектру поглощения в ближней области УФ спектра.

3 Колебательная ИК спектроскопия

Физические основы метода: частота и интенсивность поглощения в колебательных спектрах двухатомных молекул, основные колебания многоатомных молекул. Взаимосвязь инфракрасных

спектров и структуры органических молекул: валентные и деформационные колебания, характеристичность колебаний и ее физические причины, факторы, вызывающие сдвиг полос поглощения и изменение их интенсивности. Характеристическое поглощение важнейших структурных фрагментов и функциональных групп органических соединений: C–C, C=C, C≡C, C_{аром}–C_{аром}, C_{sp3}–H, C_{sp2}–H, C_{sp}–H, C–O, C–N, O–H, N–H, S–H, C=O, CHO, COOH, COOR, COHal, NO₂, C≡N. Структурные области ИК спектра. Принципы отнесения полос поглощения. Последовательность проведения структурного анализа. Количественная ИК спектроскопия. Принцип работы ИК спектрофотометра. Условия измерения ИК спектров. Примеры структурного анализа органических соединений по ИК спектру (область 4000 – 650 см⁻¹).

4 Спектроскопия ядерного магнитного резонанса

Физические основы метода: магнитные свойства ядер, основное уравнение ядерного магнитного резонанса, взаимодействия магнитных моментов ядер (тонкая и сверхтонкая структура сигналов ядер). Выбор резонансного ядра при изучении строения органических соединений. Принцип работы ЯМР спектрометра. Анализ спектров ядерного магнитного резонанса ядер со спиновым квантовым числом I=1/2: химическая и магнитная эквивалентность ядер, номенклатура ядерных систем, A₂, AX, AB и A₂B системы, индекс связывания, спектры первого и второго порядка, основные правила анализа спектров первого порядка, расшифровка простейших спектров второго порядка, приемы упрощения сложных спектров. Спектроскопия протонного магнитного резонанса: шкала химических сдвигов протонов, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов; константы спин-спинового взаимодействия J_{H–H}. Двойной резонанс. Спектроскопия углеродного магнитного резонанса: шкала химических сдвигов ядер ¹³C, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов, константы спин-спинового взаимодействия J_{C–H}, полное и частичное подавление спин-спинового взаимодействия ядер ¹³C и протонов. Примеры структурного анализа органических соединений по спектрам ПМР и ЯМР ¹³C. Корреляционная спектроскопия ЯМР. 2D ЯМР (корреляции ¹H–¹H: COSY, детектирование по ядрам углерода: ¹³C–¹H COSY (HETCOR), детектирование по протонам: ¹H–¹³C COSY (HMQC)). Спектроскопия на других важных ядрах со спином 1/2 (ЯМР ¹⁵N, ЯМР ¹⁹F, ЯМР ³¹P).

5 Масс-спектрометрические методы исследования строения органических соединений

Физические основы метода: принцип работы масс-спектрометра, его разрешающая сила, образование масс-спектра, основное уравнение масс-спектрометрии, типы регистрируемых ионов (молекулярные, осколочные, метастабильные, многозарядные). Определение молекулярной брутто-формулы по масс-спектру: метод точного измерения масс молекулярных ионов, метод измерения интенсивностей пиков ионов, изотопных молекулярному иону. Масс-спектрометрические правила: азотное, “четно-электронное”, затрудненный разрыв связей, прилежащих к ненасыщенным системам. Основные типы реакций распада органических соединений под электронным ударом: простой разрыв связей (α-разрыв, бензильный и аллильный разрывы), ретро-реакция Дильса-Альдера, перегруппировка Мак-Лафферти, скелетные перегруппировки, ониевые реакции. Термические реакции в масс-спектрометре. Установление строения органических соединений: метод функциональных групп, метод характеристических значений m/z. Основные направления фрагментации органических соединений под электронным ударом (углеводородов и их галогенпроизводных, спиртов, фенолов, простых эфиров, альдегидов, кетонов, аминов, карбоновых кислот и их производных). Понятие о методе химической ионизации и хроматомасс-спектрометрии. Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектру низкого разрешения.

6 Комбинированные структурные методы органического анализа

Особенности структурного анализа органических соединений при совместном использовании спектральных методов. Алгоритм структурного анализа. Примеры решения задач структурного анализа, имеющих различную степень сложности.

4.3 Лабораторные работы

№ ЛР	№ раздела	Наименование лабораторных работ	Кол-во часов
1	2	Запись и интерпретация УФ спектров	2
2	3	Интерпретация ИК спектров	2
3	4	Интерпретация спектров ЯМР ^1H	2
4		Интерпретация спектров ЯМР ^{13}C	2
5		Интерпретация спектров 2D ЯМР (^1H - ^1H COSY, ^{13}C - ^1H COSY, ^1H - ^{13}C COSY)	2
6		Интерпретация спектров ЯМР ^{15}N , ЯМР ^{19}F , ЯМР ^{31}P	2
7	5	Интерпретация масс-спектров	2
8	6	Решение задач с привлечением комплекса структурных методов анализа	2
		Итого:	16

4.4 Курсовая работа (2 семестр)

Примерные темы курсовой работы

1. Применение спектроскопии ЯМР для анализа состава эфирного масла хвои сосны.
2. Оценка возможности применения метода импульсного ЯМР для экспресс-анализа влажности сферических порохов.
3. Применение спектроскопии ЯМР для исследования структуры макромолекул природного и биосинтезированного лигнина.
4. Применение ЯМР-спектроскопии ^{13}C для анализа состава углеводов меда.
5. Практическое применение данных ЯМР для оценки свойств и структуры пород продуктивных нефтегазоносных залежей.
6. Актуальность применения метода ИК-спектрометрии при определении подлинности лекарственных средств в условиях испытательной лаборатории по контролю качества лекарственных средств.
7. Применение ИК-спектроскопии для контроля качества отбора проб для битуминологических и экологических исследований.
8. Применение метода ИК-спектроскопии для исследования внутренних и внешних дефектов силикатного стекла.
9. Применение хромато-масс-спектрометрии для изучения компонентного состава фармакопейных видов лекарственного растительного сырья.
10. Применение метода УФ-спектроскопии для оценки окислительных процессов липидов рыбных консервов при повышенных температурах.

5 Учебно-методическое обеспечение дисциплины

5.1 Основная литература

1. Строение вещества : учебное пособие / В. М. Камышов, Е. Г. Мирошникова, В. П. Татауров.- Лань, 2021. - 236 с.
2. Каныгина, О. Н. Математическая и квантовая химия в низкоразмерных структурах [Электронный ресурс] : учебное пособие / О. Н. Каныгина, Е. В. Сальникова, С. А. Пешков; М-во науки и высш. образования Рос. Федерации, Федер. гос. бюджет. образоват. учреждение высш. образования "Оренбург. гос. ун-т". - Электрон. текстовые дан. - Оренбург : ОГУ, 2020. - 104 с. - ISBN 978-5-7410-2492-8. - Режим доступа: http://artlib.osu.ru/web/books/metod_all/126386_20200706.pdf

5.2 Дополнительная литература

1. Кириллова Е.А. Методы спектрального анализа : учеб. пособие [Текст] / Е.А. Кириллова, В.С. Маряхина. - Оренбург. гос. ун-т. – Оренбург : ООО ИПК «Университет», 2013. – 106 с. - ISBN 978-5-4417-0324-6.
2. Маряхина В. С. Теоретические основы методов спектрального анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / В. С. Маряхина, Е. А. Кунавина, Е. А. Строганова; М-во образования и науки Рос. Федерации, Федер. гос. бюджет. образоват. учреждение высш. образования "Оренбург. гос. ун-т". - Электрон. текстовые дан. - Оренбург : ОГУ, 2016. - ISBN 978-5-7410-1517-9.2. - Режим доступа: http://artlib.osu.ru/web/books/metod_all/31484_20160914.pdf - ISBN 978-5-7410-1517-9.
3. Преч Э. Определение строения органических соединений. Таблицы спектральных данных = Structure determination of organic compounds [Текст] / Э. Преч, Ф. Бюльманн, К. Афвольтер; пер. с англ. Б. Н. Тарасевича. - М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. - 440 с.
4. Органическая химия : практикум: учеб. пособие [Текст] / Е. А. Строганова [и др.] - Оренбург. гос. ун-т. - Оренбург : Университет, 2013. Ч. 3 : Применение методов УФ, ИК и ПМР спектроскопии в структурном анализе органических соединений. - 2013. - 116 с. - ISBN 978-5-4418-0035-8.
5. Иоффе Б.В. Физические методы определения строения органических соединений: учеб. пособие для химических вузов / Б.В. Иоффе, Р.Р. Костиков, В.В. Разин – М.: Высш. шк., 1984. - 336 с.
6. Каныгина О. Н. Физические методы исследования веществ [Текст] : учебное пособие для студентов, обучающихся по программам высшего образования по специальности 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия и направлению подготовки 03.03.02 Физика / О. Н. Каныгина, А. Г. Четверикова, В. Л. Бердинский; М-во образования и науки Рос. Федерации, Федер. гос. бюджет. образоват. учреждение высш. проф. образования "Оренбург. гос. ун-т", Каф. общ. физики. - Оренбург : ОГУ, 2015. - 142 с.

5.3 Периодические издания

1. Журнал аналитической химии : журнал. - М.: Академиздатцентр "Наука" РАН, 2016.
2. Журнал физической химии. - М.: Академиздатцентр "Наука" РАН, 2018.
3. Журнал неорганической химии: журнал. – М.: Академиздатцентр "Наука" РАН, 2017.

5.4 Интернет-ресурсы

1. Электронная библиотека IQlib (образовательные издания, электронные учебники, справочные и учебные пособия) - <http://www.iqlib.ru/>.
2. Электронная библиотека Санкт-Петербургского государственного политехнического университета (методическая и учебная литература, создаваемая в электронном виде авторами СПбГТУ по профилю образовательной и научной деятельности университета) - <http://www.unilib.neva.ru/rus/lib/resources/elib/>.
3. <http://www.msu.ru> Сайт Московского государственного университета им. М.В.Ломоносова
4. <http://www.edu.ru/> Федеральный портал «Российское образование»

5.5 Программное обеспечение, профессиональные базы данных и информационные справочные системы

1. Операционная система РЕД ОС.
2. Пакет офисных приложений LibreOffice.
3. Программная система для организации видео-конференц-связи Webinar.ru.
4. ГАРАНТ Платформа F1 [Электронный ресурс]: справочно-правовая система. / Разработчик ООО НПП «ГАРАНТ-Сервис», 119992, Москва, Воробьевы горы, МГУ, [1990–2023]. – Режим доступа в сети ОГУ для установки системы: <\\fileserver1\GarantClient\garant.exe>.
5. КонсультантПлюс [Электронный ресурс]: электронное периодическое издание справочная правовая система. / Разработчик ЗАО «Консультант Плюс», [1992–2023]. – Режим доступа к системе в сети ОГУ для установки системы: <\\fileserver1\CONSULT\cons.exe>
6. <http://edu.garant.ru/garant/study/> - Интернет-версия ГАРАНТ-Образование, Система ГАРАНТ для студентов, аспирантов и преподавателей.
7. Автоматизированная интерактивная система сетевого тестирования -АИССТ (зарегистрирована в РОСПАТЕНТ, Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ №2011610456, правообладатель – Оренбургский государственный университет), режим доступа - <http://aist.osu.ru>.

6 Материально-техническое обеспечение дисциплины

Для проведения лекционных и лабораторных занятий используются учебные аудитории кафедры химии. Аудитории оснащены комплектами ученической мебели, техническими средствами обучения, служащими для представления учебной информации большой аудитории. Для реализации лабораторного практикума используются приборы ЦКП «Института микро- и нанотехнологий»: спектрофотометр "Инфралюм ФТ-02", спектрофлуориметр CM 2203. На лабораторных занятиях для интерпретации используются также ИК спектры, записанные на ИК-Фурье спектрометре Bruker Alpha; приставка НПВО, ZnSe); на ИК-Фурье спектрометре Vertex 70 (Bruker, Германия); диапазон 400-4000 см⁻¹, разрешение 2 см⁻¹, приставка НПВО, алмазный кристалл); спектры ЯМР, записанные на приборах "Bruker DRX-500" (500,13 МГц) и "MERCURYplus-300" (300,05 МГц) в ДМСО-*d*₆ и CDCl₃, Bruker AVANCE II (400 МГц), внутренний стандарт – ТМС; масс-спектры, записанные спектрометре Finnigan MAT INCOS-50 в режиме прямого ввода (электронный удар), а также на квадрупольно-времяпролётном масс-спектрометре сверхвысокого разрешения Orbitrap Elite, MicroTof Bruker Daltonics (в режиме электрораспылительной ионизации (ESI))

Для проведения групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации используются специализированные аудитории, оснащенные необходимым оборудованием.

Помещение для самостоятельной работы обучающихся оснащено компьютерной техникой, подключенной к сети "Интернет", и обеспечено доступом в электронную информационно-образовательную среду ОГУ.